

N° D'ORDRE

27

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR L'OBTENTION
DU GRADE D'INGÉNIEUR-DOCTEUR

PAR

Georges TÖRÖK
Ingénieur-Chimiste E. F. T.

1^{re} THÈSE. — CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES TEXTILES ARTIFICIELS A BASE DE CASÉINE.

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues en Février 1941, devant la Commission d'Examen :

MM. L. MEUNIER, *Président*

M. LEMARCHANDS

M. AUMERAS

J. PINTE

} Membres du Jury

LYON

BOSC Frères M. & L. RIOU

IMPRIMEURS-ÉDITEURS

42, Quai Gailleton, 42

—
1941

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE
DES FIBRES TEXTILES A BASE DE CASÉINE

N° D'ORDRE

27

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE LYON
POUR L'OBTENTION
DU GRADE D'INGÉNIEUR-DOCTEUR

PAR

Georges TÖRÖK

Ingénieur-Chimiste E. F. T.

1^{re} THÈSE. — CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES TEXTILES ARTIFICIELS A BASE DE CASÉINE.

2^e THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues en Février 1941, devant la Commission d'Examen :

MM. L. MEUNIER, *Président*

M. LEMARCHANDS

M. AUMERAS

J. PINTE

} Membres du Jury

LYON

BOSC Frères M. & L. RIOU

IMPRIMEURS-ÉDITEURS

42, Quai Gailleton, 42

1941

UNIVERSITÉ DE LYON - FACULTÉ DES SCIENCES

Doyen

M. DOUIN, *, ̄, ̄ I., *Botanique*.

Assesseur

M. CARDOT, *, ̄ I.

Doyen honoraire

M. LONGCHAMBON, *, ̄, ̄ I, ̄.

Professeurs honoraires

MM. VESSIOT, C. *, ̄ I.

RIGOLLOT, *, ̄ I.

COUTURIER, *, ̄ I., ̄.

DULAC, *, ̄ I.

VANEY, *, ̄ I., ̄.

ROMAN, *, ̄ I.

MEUNIER, O. *, ̄ I.,

Professeurs

MM. N... *Chimie industrielle.*

SIRE, *, ̄ I., ̄, *Mécanique rationnelle et appliquée.*

CARDOT, *, ̄ I., *Physiologie générale.*

LOCQUIN, *, ̄ I., *Chimie générale.*

LONGCHAMBON, *, ̄, ̄ I., ̄, *Minéralogie.*

DOUIN, *, ̄, ̄ I., *Botanique.*

DÉJARDIN, *, ̄ I., *Physique générale.*

SOLLAUD, ̄ I., *Zoologie.*

THIBAUD, ̄ A., *Physique expérimentale.*

LEMARCHANDS, *, ̄ I., *Chimie minérale.*

EYRAUD, ̄ I., *Calcul différentiel et intégral.*

THORAL, ̄ A., *Géologie.*

FROMAGEOT, ̄ I., *Chimie biologique.*

AUMÉRAS, ̄ I., *Chimie physique.*

Maîtres de conférences et chargés de cours

MM. DŒUVRE, ̄ I., *Chimie organique.*

PRETTRE, *Chimie minérale.*

KÜHNER, *Botanique.*

M^{me} DUBREIL-JACOTIN, *Mathématiques.*

MM. BERNARD, *Zoologie.*

Chargés de cours complémentaires

M^{lle} BACHRACH, ̄ I., *Physiologie.*

MM. DUFAY, *Astronomie et Physique supérieure.*

VIRET, ̄ I., *Etude des roches.*

RANSON, *Géométrie supérieure.*

TRONCHET, ̄ A., *Botanique.*

MAYET, *, ̄ I., ̄, *Anthropologie.*

PELOSSE, ̄ I., *Sériciculture.*

DARESTE DE LA CHAVANNE, ̄ I., *Géographie physique*

~~SEYDRE, *, ̄ I., *Matières colorantes artificielles.*~~

COLONGE, ̄ A., *Chimie générale.*

Secrétaire

M. ROUX, ̄ A.



A MES PARENTS

Faible témoignage de reconnaissance.

A MON MAITRE

MONSIEUR L. MEUNIER

*Professeur honoraire à la Faculté des Sciences de Lyon
Directeur de l'Ecole de Chimie industrielle
Directeur de l'Ecole Française de Tannerie
Officier de la Légion d'honneur*

Hommage de profond respect et de
vive reconnaissance.

AVANT-PROPOS

C'est dans les Laboratoires de la chaire de Chimie Industrielle de la Faculté des Sciences de Lyon qu'a été effectuée la présente étude.

Qu'il me soit permis de remercier M. le Professeur Meunier de la direction prévoyante et des encouragements qu'il m'a prodigués au cours de ce travail.

Je tiens également à adresser mes remerciements à Monsieur le Chanoine J. Pinte, directeur du Laboratoire de la Chambre de Commerce de Roubaix, qui m'a toujours réservé le meilleur accueil et ne m'a pas ménagé l'appui de sa grande compétence.

Je profite de l'occasion qui m'est offerte pour dire toute la reconnaissance que j'éprouve vis-à-vis de la France qui m'a accueilli, avec tant de bienveillance, pendant toute la durée de mes études supérieures, études que j'ai pu mener à bien, malgré la dure période que traverse actuellement ce grand pays, auquel je réserve mon souvenir le plus ému.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41554206_0065

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DES FIBRES TEXTILES A BASE DE CASÉINE

INTRODUCTION

Le premier Brevet se rapportant à la préparation d'un textile artificiel, à base de caséine pure, a été pris en Allemagne en 1904, par le Dr Todtenhaupt, qui proposa de dissoudre la caséine dans de l'ammoniaque et de coaguler le fil dans un mélange d'acide chlorhydrique, de méthanal et d'alcool (1). Il n'y a pas eu de réalisation industrielle de ce Brevet.

En 1935, A. Ferretti déposa un Brevet qui, après réalisation industrielle au cours de la même année, par la S.N.I.A. Viscosa, permet l'obtention d'une nouvelle fibre mise sur le marché sous le nom de « Lanital » (Lana Italiana).

Les qualités physiques et chimiques de la fibre sont nettement inférieures à celles de la laine; malgré cela, la fabrication des fibres de caséine, suivant une méthode analogue, se répandit dans divers pays :

- En Allemagne, sous le nom de « Tiolan » (2) ;
- en Angleterre, sous le nom de « Casein Fibre » ;
- en Belgique sous le nom de « Cargau » (3), etc...

Le Lanital, de fabrication française ou italienne, est filé et coupé en fibres de 10 cm. de longueur au maximum, destinées à être mélangées avec de la laine pour ses emplois en filature, et même pour la fabrication du feutre à chapeaux (4 et 5).

(1) Melland Textilber, (1936), 17, 469.

(2) Kunstseide u. Zellwolle, (1938), 347.

(3) Br. Chem. Abstr. (1937), 56, 1037 et Dairy Ind. (1937), 2, 289.

(4) J. Text. Inst. XXX, II, A705 ; et Wool Record, (1939), 56, 245.

(5) R.G.M.C. 43, 317 ; et Kunstseide u. Zellwolle (1938), 416.

La « Casein Fibre » de Courtauld's est filée en fils continus, comme la rayonne.

Bien que la fabrication de Lanital atteigne en 1938, 2.000 tonnes par an, elle est limitée par les possibilités de production de la caséine.

FABRICATION

La préparation du Lanital est exposée comme suit dans le Brevet de M. Antonio Ferreti (1).

MATIÈRE PREMIÈRE.

La matière première est la caséine obtenue du lait de vache après que celui-ci a été écrémé pour la fabrication du beurre.

Ce petit lait, ou babeurre, contient :

Protéines totales.	0,4 %
Caséine.	0,3 %
Lactose.	0,5 %

La composition élémentaire de la caséine est la suivante :

C.	53,0 %
H.	7,0 %
O.	23,0 %
N.	15,5 %
S.	0,7 %
P.	0,8 %

Les caséines obtenues par coagulation acide sont plus ou moins déminéralisées, solubles dans les alcalis, et conviennent pour colles visqueuses, pour la fabrication des bois compensés, du papier satiné, d'apprêts pour tissus, etc...

Ces caséines sont trop visqueuses pour une filature régulière ; il est difficile de maintenir les fils séparés, car ceux-ci se collent entre eux et donnent, une fois secs, une masse compacte et fragile.

(1 Brevet Français N° 813.427 - Demandé le 26 août 1936.
Brevet Anglais N° 510.131.
Demande de Brevet déposée en Italie le 28 août 1935.

Pour obtenir une bonne caséine « Textile », il faut employer un excès d'acide. Certains auteurs affirmèrent qu'un excès d'acide provoque une redissolution de la caséine. M. Ferretti, d'après ses recherches, affirme qu'il n'y a pas de redissolution, mais uniquement une diminution de la grosseur des granules.

Si, à 100 litres de babeurre et à 20°C on ajoute, de préférence, à deux reprises, 2.250 cm³ SO₄ H₂ à 66° Bé préalablement dilués avec 2.250 cm³ d'eau, on obtient une caséine parfaite pour fibres artificielles, le pH du milieu est entre 2,9 et 3,0.

En réduisant la quantité d'acide (au-dessous de 2.250), on augmente la résistance des fibres, mais on diminue la douceur du toucher et l'on arrive à coller les fibres qui deviennent cassantes quand on réduit la dose d'acide à 1.600 cm³.

En augmentant la quantité d'acide, on augmente en même temps la douceur du toucher ; par contre, la résistance diminue.

Tous les acides forts peuvent servir ; un mélange d'acides aussi, mais il est plus économique d'employer l'acide sulfurique.

Après la coagulation, on chauffe pour séparer plus facilement la caséine du petit lait. Les conditions optima du chauffage sont, d'après le brevet :

Température : 45° C

Durée : 1 heure.

Si la température est plus élevée, par exemple 50°, il faudra réduire la durée à une demi-heure, sous peine d'altérer la fibre.

Si l'on veut modifier la qualité du textile, on fait varier la température et le temps du mûrissement.

La caséine textile retient beaucoup de petit lait. Il n'est pas nécessaire de la laver et de la sécher ; on presse à environ 200 % de petit lait ; il est nécessaire de connaître exactement ce pourcentage qui nous indique l'excès d'acide que nous aurons à neutraliser ultérieurement par l'alcali.

Cet excès d'acide a également pour résultat d'empêcher la fermentation de la caséine.

DISSOLUTION COLLOÏDALE.

Toutes les caséines suffisamment déminéralisées sont solubles dans les alcalis, en donnant des solutions plus ou moins visqueuses. Pour avoir des solutions aptes à la filature, le seul alcali approprié est la soude ; la potasse qui donne le même résultat étant d'un prix trop élevé. Les autres alcalis, même en mélange, ne donnent pas des résultats satisfaisants. La quantité de soude nécessaire, à la température de 24° C. a été déterminée ; cette quantité diminue lorsque la température augmente.

Si la température dépasse 35° C., pour une même dilution, la viscosité est trop faible et l'on ne peut pas ajouter le volume d'eau nécessaire pour la filature.

Au-dessous de 14° C. le mûrissement est fortement retardé et il est presque impossible d'obtenir le volume désiré de la solution colloïdale.

On peut augmenter la densité de la solution, sans altérer ses propriétés à la filature et quelquefois même en l'améliorant, en utilisant des agents de dissolution spéciaux indiqués plus bas, qui agissent toujours de la même façon, quelle que soit la température de la préparation et du mûrissement.

Exemple. — A 100 kgs de caséine sèche (10 % d'eau) broyée et non lavée, on ajoute 200 litres d'eau à 24° C. Après 2 à 3 heures de contact, on introduit une solution de 23 litres NaOH à 35° Bé, additionnés de 77 litres d'eau à 24° C. tout en remuant. La masse devient graduellement plus visqueuse. Après quelques heures, on fait une dilution lente et progressive pour compenser la viscosité croissante pendant le mûrissement. Les diluants à 24° C. sont ajoutés petit à petit, car si on les ajoute trop brusquement, on retarde le développement régulier et graduel de la viscosité nécessaire.

Lorsque la solution a atteint la viscosité et la densité désirées, on arrête le mûrissement en abaissant légèrement la température de la solution, afin qu'elle possède, au moment de la filature, les caractères établis précédemment. .

Une caséine préparée avec 2.250 cm³ d'acide sulfurique con-

centré et dissoute avec emploi d'eau à 24° C. demande 48 heures de maturation pour atteindre une densité et une viscosité convenables. Dans ce cas, le volume total est de 550 à 600 litres pour 100 kgs de caséine sèche employée. Si l'on veut un volume moindre, on peut diminuer le temps du mûrissement. Si l'on veut un volume plus grand, on peut augmenter le temps du mûrissement jusqu'à 96 heures au maximum.

On peut employer comme diluants :

1° l'eau ordinaire ;

2° le petit lait neutralisé. Ce dernier donne une solution un peu plus visqueuse.

On peut ajouter à ces diluants, des accélérateurs de la coagulabilité, en particulier une émulsion alcaline de sulfure de carbone.

FILATURE ET COAGULATION.

Le matériel utilisé pour ces deux opérations est à peu près identique à celui employé pour la rayonne. La vitesse varie, suivant la viscosité, de 80 à 120 mètres à la minute, (le double de la rayonne); il faut donc allonger le parcours des fils dans le bain de coagulation. Les fils sont coagulés plus lentement que ceux de la rayonne, bien que l'acidité soit plus forte (presque le double). La température peut varier entre 48 et 58° C.; elle est ordinairement de 52 à 53° C.

Il est préférable d'adopter une acidité moindre et une température moins élevée, tout en augmentant la longueur du parcours. Si, au lieu de filer sur bobine, on veut obtenir des flocons libres, on peut aisément allonger le dit parcours. Si l'on file sur bobines, il faut faire frotter les fils sur un bâton de verre, afin d'éliminer une partie du bain coagulant.

Les bains peuvent être composés :

1° D'une solution contenant par litre :

140 cm³ d'acide sulfurique concentrée, et

400 gr. de sulfate de sodium.

On peut ajouter à cette solution, des sels d'aluminium ;

de petites quantités de sels d'étain (acétate) peuvent être utiles.

2° D'une solution de :

150 cm³ d'acide sulfurique à 66° Bé;

150 à 200 gr. de sulfate d'aluminium ;

75 gr. de chlorure de sodium par litre.

Les sels d'aluminium durcissent rapidement les fils, le sel marin facilite l'action insolubilisante des sels d'aluminium.

Il ne faut pas trop chauffer, car l'on risque de transformer le chlorure de sodium en acide chlorhydrique.

INSOLUBILISATION ET DÉSACIDIFICATION.

On ne peut pas laver immédiatement après la coagulation, car les fils de caséine se dissoudraient. Pour les insolubiliser, on emploie une solution aqueuse de méthanal, avec du sel marin pour limiter le gonflement des fibres.

On peut employer une solution unique composée de 90 parties d'eau à 12 % NaCl et 10 parties de méthanal à 40 %, avec ou sans sel d'aluminium.

Il est préférable d'utiliser plusieurs solutions à concentration croissantes, en commençant avec une solution à 99 parties d'eau (à 12 % NaCl), et une partie de méthanal à 40 %, et monter graduellement, mais la concentration du sel marin ne doit pas descendre au-dessous de 10 %. Les solutions insolubilisantes peuvent être acidifiées au début par SO_4H_2 , mais il faut neutraliser de temps à autre à cause de l'apport d'acide par les fibres.

Quand la filature se fait en flocons, on les fait tomber dans une solution aqueuse de NaCl à concentration inférieure à 10 %. Il y a avantage à ajouter à ce bain un peu de sels d'aluminium et de l'acide, même sans méthanal ; on obtient ainsi un bain d'insolubilisation convenable et les fibres se séparent mieux que si on les fait tomber dans un pot vide.

Comme il ne faut laisser dans les fibres aucune trace d'acide qui les altérerait ultérieurement, un lavage parfait est indispensable. Les fils en flocons sont lavés quelques heures à

l'eau courante ; quant aux fils sur bobine, 16 à 24 heures de lavage leur sont nécessaires. Les fils mixtes sont lavés plusieurs jours.

Après ce lavage, un traitement dans un bain insolubilisant neutre est à conseiller.

AUTRES BREVETS.

Depuis la publication du premier Brevet, on a proposé un grand nombre d'autres procédés de durcissement ; les uns modifient le mode opératoire avec le formol, les autres emploient soit du tanin synthétique, ou encore, on diminue le pouvoir hydrophile de la fibre, en éliminant le groupement actif, en particulier le groupement amine primaire, par l'acide nitreux.

1^{er} *Exemple.* — On obtient un renforcement des fibres par un tannage avec un tanin synthétique (2) (acide dioxydiphényl-méthane disulfonique), obtenu par action du méthanal sur l'acide phénylsulfonique.

2^e *Exemple.* — On file une solution contenant 17,5 % de caséinate de sodium ; on coagule le fil dans un bain contenant 20 % de sulfate de zinc, 1 % d'acide sulfurique, 5 % de tanin synthétique (une demi-molécule de méthanal, condensé avec une molécule d'acide crésylsulfonique) et l'on durcit ensuite par une solution de méthanal à 10 %.

3^e *Exemple.* — La nouvelle méthode de Ferretti propose un ou plusieurs bains de durcissement contenant du chlorure de sodium, du méthanal et des sels d'aluminium, en modifiant la température des bains, de manière à ce que le premier soit entre 35 et 50° C. et le 2^e entre 50 et 65° C. Ainsi la durée du durcissement est réduite et la qualité de la fibre est meilleure (3).

4^e *Exemple.* — Par la suite Ferretti a élargi son brevet initial, en spécifiant que la coagulation est possible dans un bain dont la densité dépasse 1,18 et contenant plus de 2,5 %

(2) RUSTA (1938), 421.

(3) J. Soc. Dyers and Colour. 55, 12, 629.

d'acide sulfurique. On passe tout d'abord les fibres dans un bain de chlorure de sodium, puis ensuite dans un autre bain renfermant du chlorure de sodium, des sels d'aluminium et éventuellement du méthanal.

Une fois les fibres suffisamment lavées, on les coupe et on les recueille dans un bain semblable au premier (4).

5° *Exemple.* — Afin d'éviter tout rétrécissement dans le bain de coagulation, on y dissout de 4 à 5 % d'aldéhyde et jusqu'à 15 % d'un sel : sulfate, chlorure, citrate, tartrate, ou alun de sodium, potassium, ammonium, magnésium ou aluminium (5).

6° *Exemple.* — Les fibres sont rendues résistantes au rétrécissement, ou à la déformation par écrasement, dans les bains d'acide chaud (bains de teinture), en les traitant soit par de l'acide nitreux et une aldéhyde, soit par des substances comme l'hexaméthylènetétramine qui donne naissance à une aldéhyde. L'acide nitreux est ajouté sous forme de nitrite alcalin et d'un acide ; mais même si l'on traite le Lanital avec un nitrite alcalin, sans addition d'acide, il y a réaction entre les groupements acides dans la caséine et le nitrite, avec libération de NOOH (6).

Si le traitement est effectué de cette deuxième façon, on rend la fibre résistante à un gonflement pendant le lavage alcalin qui suit la teinture. Si le traitement avec l'acide nitreux est trop énergique, les fibres deviennent jaunes, mais ce défaut peut être atténué par un traitement dans un bain réducteur comme par exemple le thiosulfate de sodium.

TRAITEMENTS ÉVENTUELS POUR AUGMENTER LA DOUCEUR DES FILS AU TOUCHER.

On emploie des bains d'adoucissement dont la température varie suivant le corps employé. On emploie des solutions aqueuses de sulforicines, seules ou mélangées avec du sa-

(4) J. Text. Inst. XXX, A618 : Brevet anglais 510.131 et 511.160.

(5) J. Text. Inst. XXX, A760 ; Brevet anglais 512.640 et Brevet français 836.884.

(6) Silk and Rayon Worlds (1939), 53 : Brevet belge 427.082.

von ; des huiles minérales émulsionnables, de la glycérine ou bien des huiles grasses émulsionnées par des procédés connus. Le pourcentage du corps gras peut varier suivant l'effet visé.

Ces traitements adoucissants doivent être effectués de préférence avant le séchage des fibres et, naturellement, après leur parfaite désacidification ; la température du bain peut être comprise entre 45 et 60° C.

Ce traitement devient superflu si l'on a pris soin d'introduire des substances adoucissantes dans la solution colloïdale (7).

Pour réduire la tendance à la fermentation des fibres, on peut soit incorporer un antiseptique dans la solution colloïdale, soit traiter les fibres par des solutions de sels alcalins de toluène-chloro-sulfonamides (8).

PROPRIETES PHYSIQUES DU LANITAL

On trouve, sur ce sujet, dans la littérature technique, d'assez nombreuses données, rarement concordantes ; ceci s'explique par les différents modes opératoires des auteurs, mais surtout par la variété des échantillons qu'ils ont examinés.

On remarque cependant que depuis 1936, les qualités du Lanital comme fibre textile se sont sensiblement améliorées.

La fibre est blanche, à reflets légèrement jaunâtres, le lustre est semblable à celui de la laine Mohair et le toucher est doux, assez analogue à celui de la rayonne.

Examinées au microscope, les fibres se présentent sous forme de cylindres de diamètre sensiblement régulier, avec des stries longitudinales peu marquées. On observe une sorte de pigmentation de la surface et il est probable que c'est à la présence de ces aspérités que la fibre doit son toucher par-

(7) Brevet français 813.427.

(8) RUSTA (1939), 457 ; Brevet belge 426.892.

ticulier (9). En sections transversales on obtient des coupes plus ou moins arrondies (10).

A la lumière de Wood, les fibres de Lanital ont une fluorescence un peu plus verdâtre que celle de la laine brute. Elle diminue d'intensité lorsqu'on soumet le Lanital à une exposition de 24 heures à la lumière ultra-violette.

Au point de vue de la grosseur des brins, nous trouvons cités les chiffres suivants : 15 à 35 microns (11) et (12). Les derniers renseignements citent une finesse de 3 deniers (13).

Par immersion dans du benzène, on a établi que le poids spécifique du Lanital était égal à 1,305, alors que celui de la laine est égal à 1,36.

D'après le Dr Rath (14), on peut, par microdistillation, aisément caractériser les fibres du Lanital, car leur comportement est particulier. Par un léger chauffage entre deux plaques de verre, il apparaît sur la fibre de petites bulles. L'aspect de l'ensemble rappelle une branche en bourgeons. Ces bulles sont parfois plus petites, mais d'habitude plus grandes que le diamètre de la fibre. Par un chauffage plus fort, la fibre entre en fusion, les brins se collent aux points de croisement, et parfois l'on constate l'apparition de très grandes bulles avec un bord irrégulier et peu distinct.

En observant la température, on a constaté les phénomènes suivants : (15)

- a) à 110°, il se dégage un peu d'ammoniaque ;
- b) à 130°, il y a un jaunissement très net ;
- c) à 160°, la fibre devient jaune brun et émet des vapeurs alcalines ;
- d) à 200°, la fibre brunit fortement ;
- e) à 230°, la fibre se carbonise et dégage de l'hydrogène sulfuré ;
- f) à 260°, il y a carbonisation complète.

Dans les conditions ordinaires de conservation, le Lanital

(9) RUSTA (1936), 205.

(10) RUSTA (1939), 215 et 217.

(11) R. G. M. C. (1936), 258.

(12) Wirtschaftsdienst (1935), Nov. N° 8.

(13) Chem. Zentr. (1938). II, 2979 et Kunstseide u. Zellw. (1937), 7, 244.

(14) Melland All. (1937), 18, 201.

(15) RUSTA (1939), 217.

retient une certaine proportion d'humidité qui, dans une atmosphère à 20° C., avec une humidité relative de 65 %, est de 14,5 % (16).

Par un chauffage entre 100 et 105°, le Lanital perd toute humidité.

Par absorption d'humidité, le Lanital dégage de la chaleur. Ce dégagement est de 30 % plus fort que celui de la laine (17). Si l'on met quelques kilogs de Lanital bien sec dans un endroit où la température est de 17° C. et que l'on mouille ce Lanital avec 20 ou 30 % d'eau, après l'avoir bien mélangé, on constate qu'à l'intérieur du tas, la température monte jusqu'à 37° C. (18).

RÉSISTANCE A LA TRACTION.

Les renseignements sont, dans ce cas, aussi dissemblables que possible, en ce qui concerne les données numériques, mais les divers auteurs admettent que l'humidité des traitements alcalins ou acides, la teinture, la chaleur, abaissent tous les capacités de résistance du Lanital.

Résistance à la traction : (19)

Lanital.	3,2 gr.
Laine.	9,4 gr.

Allongement avant la rupture :

Lanital.	63 %
Laine.	37 %

A l'état humide.

— Diminution de résistance du Lanital : 20 %, donc 2,6 gr.

— Diminution de résistance de la laine : de 10 à 20 %.

Après action de l'eau chaude.

— Diminution de résistance du Lanital : 25 %, donc 2,4 gr.

— Diminution de résistance de la laine : 7 %.

Un traitement à température ordinaire, avec de l'acide sulfurique d'une concentration de 1 à 10 %, ou bien avec de la

(16) R. G. M. C. (1937), 172.

(17) Kunstseide u. Zellw. (1938), 347.

(18) RUSTA (1938), 237.

(19) Melliand ed. fr. (1936), 131.

scude aux mêmes concentrations, ne provoque qu'une faible diminution de la résistance à la traction.

Un traitement avec de la soude, du carbonate de sodium ou du savon à la concentration de 1 % provoque, à la température de 80° C., une diminution de la résistance de 18 à 22 % ; à la température de 40° C., une diminution de la résistance de 3 % seulement. A la température de 80° C., la diminution de la résistance de la laine est de 8,7 %.

M. Von Bergen (20) trouve que la solidité du Lanital est le quart de celle de la laine du même titre, à l'état sec, et n'est que le septième de celle de la laine à l'état humide.

Le tableau ci-dessous (21) est très clair, mais il est regrettable que l'auteur n'indique pas l'état hygrométrique de l'air au moment des mesures.

RÉSISTANCE A LA TRACTION			
<i>Essai à Sec</i>		<i>Essai Humide</i>	
Résist. gr.	Diam. en microns	Résist. gr.	Diam. en microns
5,4	23	2,0	25
3,2	26	1,8	23
4,7	26	2,0	21
4,0	22	1,0	22
4,6	23	1,8	23
Moy. : 4,3		Moy. : 1,7	
	23		23

Max Biehl (22) fixe la résistance du Lanital entre 4,1 et 8,3 gr., tandis que la résistance de la laine est entre 31 et 38,5 gr.

L'allongement varie entre 50 et 75 % pour le Lanital, et est de 62 à 82 % pour la laine.

Par ailleurs Roskine (23) concède au Lanital une résistance à la rupture deux ou trois fois plus petite que la rayonne et prétend que par « déboullissage » dans l'eau, le Lanital perd 75 % de sa résistance.

(20) Chem. Zentr. (1936), II, 222 ; d'après Amer. Dyestuff Rpt. (1936) 146.

(21) R. G. M. C. (1936), 260.

(22) Wirtschaftsdienst 1935 du 8 novembre.

(23) Chim. et Ind. (1938), 39, 137 ; d'après Legk. Prom. (1937), 88.

D'autres auteurs (24) ont trouvé qu'une fibre de Lanital filée sans extension a une charge de rupture de 0,33 à 0,53 gr. par denier, et une extension de 12,2 à 3,3 %.

Plail (25) donne les résultats d'un examen sur les échantillons datant de 1937 :

Résistance à la rupture à sec : 4,3 gr. donc 25 % d'un fil de laine américaine qui a une résistance de 16,7 gr. ;

Résistance à l'état humide : 1,7 gr. ce qui fait 15,2 % du fil de laine au même titre, avec 11,2 gr. (26) (27) et (28).

G. Heim (29) a effectué récemment des mesures et a constaté que les propriétés du Lanital sont tout à fait satisfaisantes en ce qui concerne la résistance à la traction.

Il a mesuré l'élasticité en suivant le comportement de la fibre, après un allongement déterminé. Il donne le tableau suivant :

Pourcentage d'allongement	Allongement après repos de :			
		5 minutes	15 minutes	24 heures
Lanital.	10	7	7	6
—	20	16	16	12
—	30	25	24	20
Laine.	10	8	7	5
—	20	13	12	5
—	30	21	20	6

Il résulte de ce tableau que l'élasticité du Lanital est loin d'égaler celle de la laine. La plus grande différence semble être que la laine, après extension et relâchement, se contracte pendant un temps considérable, tandis que le Lanital ne se rétrécit pas autant.

(24) J. Text. Inst. (1938), A263 ; et Chem. Zentr. (1938), i. 476.

(25) Melliand ed. All. (1938), 7.

(26) Melliand ed. All. (1937), 173.

(27) Kleipzigs Text. (1937), 26, 382 ; et Melliand All. (1938), 7.

(28) Kunstseide u. Zellw. (1937), 7, 244.

(29) Silk Journal and Rayon World (1939), VI, 35.

PROPRIETES CHIMIQUES

La composition centésimale et les propriétés chimiques du Lanital se rapprochent évidemment beaucoup de la caséine :

Composition Élémentaire (30) :

	C	H	O	N	S	P
Caséine.	52,96	7,05	22,7	15,65	0,78	0,84
Lanital.	53,4	8,0	22,9	14,78	0,58	0,80
Laine.	49,25	7,57	23,66	15,86	3,66	—

Les différences de composition centésimales qui existent entre la caséine et le Lanital sont dues à la fixation de 2,5 % de méthanal et d'autres coagulants minéraux au cours de l'insolubilisation du fil (31).

La teneur en cendres déterminée par plusieurs auteurs, varie de 3,2 à 4,9 %. La composition centésimale de ces cendres est la suivante : (32)

— Anhydride phosphorique.	20,10 %
— Anhydride sulfurique.	Traces
— Chlore.	0,90 %
— Alumine.	45,21 %
— Oxyde de fer.	Traces
— Chaux.	26,67 %
— Soude caustique.	1,70 %
— Magnésie.	5,80 %

ACTION DE L'EAU.

A froid, après 4 heures d'immersion, la fibre reste incolore, mais semble gonflée. Au bout de 24 heures, son aspect n'est pas modifié d'une manière appréciable. Par contre, après trois quarts d'heure d'ébullition, le gonflement de la fibre est considérable et il est accompagné d'une baisse de résistance importante, la matière est devenue réellement plastique.

(30) Le Lait (1938), 18, 233.

(31) Kunstseide u. Zellw. (1938), 347.

(32) Rusta (1939), 217.

ACTION DES ALCALIS.

Le Lanital n'est pas soluble dans une solution de soude caustique à 5 %, mais il se dissout facilement dans les acides. Le Lanital gonflé dans l'eau donne toutes les réactions des protéines (33).

Par un traitement à la soude à 9° Bé, et à la température de 90 à 95° C., les fibres de Lanital s'agglomèrent sous la forme d'une masse colloïdale (34).

Des essais très intéressants ont été effectués par E. Da Schio (35) sur l'influence du temps, de la température et du volume de la solution, sur l'attaque alcaline.

Influence du temps.

On immerge 1 gr. - 1 gr. 5 de fibre brute dans 130 cm³ de soude caustique à 20 % (23° Bé), à la température de 30° C. On agite de temps à autre avec une baguette. Après un temps déterminé, on filtre sur une toile métallique, on lave et on sèche à 105° C.

<i>Durée du Traitement</i>	<i>Perte en poids du Lanital</i>
1 heure	7,7 %
2 —	10,4 —
3 —	13,3 —
4 —	15,4 —
5 —	18,5 —

Pour la dissolution complète il faut environ 4 jours.

Influence de la Température.

On a soumis 3 échantillons de Lanital de 1 gr. 5 à 2 gr. à une immersion de 3 heures dans 100 cm³ de soude caustique à 23° Bé et à des températures de 20, 30 et 40° C.; on a obtenu les pertes de poids suivantes :

- (33) Le Lait (1938), 18, 233.
(34) Fils et Tissus (1936), 3, 210.
(35) R. G. M. C. (1937), 171.

Température	Perte en poids du Lanital
20°	8,2 %
30°	12,0 %
40°	22,0 %

Influence du Volume de la Solution.

Les mêmes essais ont été repris en maintenant constantes : la température (30°), la concentration (23° Bé), la durée (3 heures), mais en faisant seulement varier le rapport entre le poids de la fibre (1,3 - 1,5 gr.) et le volume de la lessive qui va de 25 à 200 cc.; on a obtenu les résultats suivants :

Volume	Perte en poids du Lanital
25 cc.	11,3 %
50 cc.	12,0 %
100 cc.	12,1 %
200 cc.	13,1 %

Le traitement alcalin ci-dessus a pour résultat de diminuer d'une façon considérable la teneur en cendres du Lanital. Cette teneur qui est de 4,18 %, tombe à 0,44 % après le traitement, donc diminution de 89 %.

Par ailleurs (36), à *froid*, avec de la soude caustique à 10 %, on constate au bout de 4 heures un jaunissement de la fibre et une légère gélatinisation. La liqueur alcaline reste incolore. Au bout de 24 heures, la fibre est jaunâtre et gélatinisée. Par lavage, elle reste jaune et gommeuse.

Avec l'ammoniaque N/10, la fibre brunit, se gélatinise et la teinte obtenue résiste au lavage. Au bout de 24 heures, la fibre est devenue nettement rouge-brun et gélatinisée. Elle reste rose et gommeuse après lavage.

Si l'on opère à *chaud*, au bout de 3/4 d'heure d'ébullition, on constate qu'avec la soude caustique à 10 % la fibre jaunit d'abord et se dissout au bout de 40 minutes; le liquide obtenu est nettement jaune. Avec l'ammoniaque dilué N/10, la

(36) RUSTA (1939), 219.

fibre devient jaune-brun et se gélatinise; le liquide reste incolore. Après lavage, la fibre est toujours colorée et gommeuse.

ACTION DES ACIDES DILUÉS.

Il faut envisager ici deux cas, suivant que l'on opère à froid ou à chaud. Dans les deux cas, les concentrations sont N/10.

1° A froid.

a) Avec l'acide sulfurique, au bout de 4 heures d'immersion, la fibre reste incolore, mais tend à se gonfler; le liquide est également incolore. Au bout de 24 heures d'immersion, la fibre est légèrement brune et, après lavage à l'eau, se présente comme légèrement jaunie.

b) Avec l'acide chlorhydrique on obtient, au bout de 4 heures, les mêmes résultats qu'avec l'acide sulfurique.

c) Avec l'acide nitrique, au bout de 4 heures, il y a jaunissement net, mais le liquide est incolore. Au bout de 24 heures, il y a un brunissement léger et, après lavage, jaunissement permanent de la fibre.

d) Avec l'acide acétique, au bout de 4 heures, la fibre est gonflée mais incolore. Au bout de 24 heures, on ne constate aucun changement.

e) Avec l'acide formique, les résultats sont les mêmes.

2° A chaud.

Si l'on opère à chaud, en faisant bouillir pendant trois-quarts d'heure, on obtient les résultats suivants :

a) Avec l'acide sulfurique, toujours à la concentration N/10, la fibre est devenue légèrement rosée, mais le liquide acide reste incolore. si on lave à l'eau, la fibre est légèrement jaune-rose.

b) Avec l'acide chlorhydrique, la fibre reste incolore mais se gélatinise légèrement; la solution acide reste incolore.

c) Avec l'acide nitrique, la fibre devient brun-rose, et la nuance augmente d'intensité à mesure que l'ébullition con-

linue; le liquide acide est légèrement jaunâtre. Après lavage à l'eau, la fibre est légèrement brune.

d) Avec l'acide acétique, la fibre reste incolore, mais tend à se gélatiniser; le liquide reste incolore.

e) L'acide formique donne les mêmes résultats.

ACTION DES ACIDES CONCENTRÉS ET FROIDS.

a) Avec l'acide sulfurique concentré, de densité 1,84, à la température de 15° et au bout d'une heure, on constate que la fibre a bruni et s'est rapidement gélatinisée; le liquide acide devient légèrement brun.

b) Avec l'acide nitrique concentré, de densité 1,40, la fibre jaunit d'abord, puis brunit et tend à se gélatiniser. Par lavage à l'eau, elle reste colorée en jaune d'or intense. Le liquide acide est incolore.

c) Avec l'acide chlorhydrique, de densité 1,19, la fibre devient légèrement jaune-rosé et se gélatinise. Le liquide acide est incolore. Par lavage, la fibre obtenue est légèrement jaune.

d) Avec l'acide acétique glacial, la fibre se gonfle mais le liquide reste incolore.

e) Avec l'acide formique de densité 1,20, la fibre reste incolore, mais tend à se gélatiniser complètement. Le liquide acide est incolore. Après lavage, la fibre est complètement gélatinisée.

ACTION DES SOLVANTS (37).

Le Lanital ne perd pas de poids si on le traite à l'ébullition et successivement par les réactifs suivants :

a) éther de pétrole et ensuite savon,

b) trichloréthylène,

c) tétrachlorure de carbone.

De même l'alcool, l'éther, le chloroforme, l'acétate d'amyle n'ont pas d'action.

L'acétone, à chaud, provoque un certain jaunissement.

L'eau oxygénée rend les fibres molles, plastiques; si on l'utilise à chaud, elle donne du brillant aux fibres.

(37) J. Text. (1939), 166 ; et J. Soc. Dyers and Col. (1939), 57.

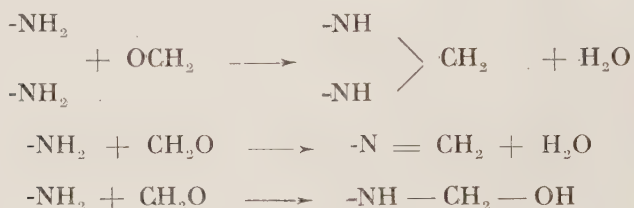
L'eau de Javel à 1° Tw provoque une couleur brune.

Le Lanital (38) est plus fortement attaqué que la laine par les sulfoxylates du méthanal (Formosul, Rongalite), employés à l'ébullition en vue d'une décoloration.

CONSTITUTION

La caséine donne à l'hydrolyse trois fois plus de lysine et deux fois plus d'acide glutamique que la laine.

On suppose que par le durcissement au formol, il y a formation de ponts de méthylène. On a proposé pour le représenter diverses formules, et la dernière semble aux auteurs la plus probable (39) :



Puisque le durcissement est meilleur, quand il est effectué à chaud, on peut supposer une deuxième réaction :



Diatchenko (40) considère que le méthanal se fixe de manière à faire pont entre deux groupements R-NH-.

On considère que le Lanital contient plus de groupes aminés que la laine, ce qui explique l'affinité plus grande pour les colorants acides; cette affinité peut être réduite par un traitement à l'anhydride acétique (41).

(38) Dyers (1939), 123.

(39) J. Text. Inst. (1939), 225.

(40) Chim. et Ind. 42, 4, 692 ; Prom. Organ. Khim. (1938), 5, 745.

(41) Brevets anglais 495.332 et 495.885.

PROPRIETES TINCTORIALES

Le Lanital absorbe facilement la plupart des colorants pour laine à basse température⁽⁴²⁾, mais la fixation ainsi obtenue est incomplète et la nuance dégorge facilement⁽⁴³⁾.

Pour avoir une fixation solide, on est obligé de teindre au voisinage de l'ébullition, mais alors on abaisse la résistance de la fibre et on la rend rêche et cassante⁽⁴⁴⁾. De plus, la fixation des colorants sur le Lanital est presque toujours superficielle, la couche extérieure de la fibre est foncée, tandis que l'intérieur est plus clair⁽⁴⁵⁾⁻⁽⁴⁶⁾ et⁽⁴⁷⁾.

IDENTIFICATION DU LANITAL EN MELANGE AVEC D'AUTRES FIBRES

Pour distinguer les fibres du Lanital de celles de la laine, on peut utiliser les procédés suivants⁽⁴⁸⁾ :

a) On traite pendant quelques minutes la fibre avec une solution de NaOH à 10 %, à froid. On lave à l'eau courante, on plonge pendant 5-10 minutes dans une solution froide de bleu de méthylène à 1 % et enfin on lave à fond à l'eau courante. Examiné sous le microscope, le Lanital se présente plus ou moins coloré, tandis que la laine reste incolore.

b) Si l'on traite les fibres par une solution de NaOH à 9° Bé, à 20-95° C. la laine se disperse rapidement en petites particules, alors que le Lanital s'agglomère en une masse colloïdale⁽⁴⁹⁾.

c) Si l'on est certain que le tissu n'a pas subi de traitements au méthanal, soit pour éviter le froissement, soit qu'un

(42) RUSTA (1938), 179.

(43) RUSTA (1938), 279.

(44) Melliand ed. fr. (1938), 105.

(45) Chem. Zentr. (1937), I, 1280.

(46) J. Text. Inst. (1939), 172.

(47) RUSTA (1939), 221.

(48) RUSTA (1937), 217.

(49) Publication du Laboratoire Textile de Roubaix (1936).

dérivé du méthanal fasse partie du colorant employé, on peut se baser sur une réaction du méthanal pour identifier le Lanital dont il fait partie (50) et (51) : on fait bouillir un échantillon de Lanital pendant quelques minutes, dans de l'eau acidulée avec SO_4H_2 , et on ajoute cette solution goutte à goutte à une solution de 0,1 % de sulfate de carbazol. En chauffant le mélange, on obtient une coloration bleue intense, et un dépôt, même si la quantité de méthanal est réduite à une partie pour dix-mille.

Pour H.-C. Borghetti (52), l'émission des vapeurs de méthanal par distillation sèche du Lanital est caractéristique.

d) La réaction au nitroprussiate caractérise la laine, car il y a formation d'un précipité bleu, dû au soufre (53).

e) Wittaker (54) propose d'immerger le tissu douteux pendant une minute, dans une solution froide, contenant :

Eau. 100 cm^3

SO_4H_2 à 80 % 0,5 cm^3

et en plus, 0,5 gr. d'un des colorants ci-dessous :

Jaune xylène Lumière G. G.

Azo Géranine G. G. S.

Erio Cyanine Solide S.

Néo Carmin W. etc...

Après rinçage, on constate que le Lanital est teint en une nuance profonde, alors que la laine est à peine tachée.

SEPARATION QUANTITATIVE DU LANITAL AVEC LES AUTRES FIBRES

1° MÉLANGE DU LANITAL AVEC LA LAINE

a) E. Da Schio (55) préconise la méthode suivante :

On dégraisse le mélange de fibres par une extraction à l'ap-

(50) RUSTA (1938), 38.

(51) Melliand Textb. (1938), 9, 193.

(52) Chem. Zentr. (1937), I, 1596 ; et Amer. Dyest. Rep. (1936), 25.538.

(53) RUSTA, 1937), 157.

(54) RUSTA, (1937), 569 et (1938), 180.

(55) RUSTA, (1937), 158 - et R. G. M. C. (1937), 170.

pareil de Soxhlet, avec l'éther éthylique, puis un passage à l'ammoniaque, et lavage à l'eau courante. On pèse 2 gr. de la marchandise que l'on introduit dans un Becher de 250 cm³. On y ajoute 100 cm³ d'une solution de NaOH à 20 % en volume (23° Bé), et on chauffe à 30° C. On maintient cette température pendant 3 heures, en agitant avec une baguette de verre, toutes les 10-15 minutes. On verse le tout sur une toile métallique, on lave à l'eau courante en agitant la masse fibreuse, puis dans l'eau acidulée de 1 à 2 cm³ d'acide acétique; on lave à l'eau et sèche à 105° C. jusqu'à poids constant.

b) La méthode la plus récente (56) est la suivante :

On introduit 6 gr. du tissu finement divisé dans un Becher de 400 cm³ contenant 100 cm³ d'eau oxygénée à 6 volumes, et 20 cm³ de NaOH à 15 %. On élève rapidement la température à 60° C. que l'on maintient en agitant pendant 15 minutes. On décante sur un tamis de cuivre ayant 60 mailles au centimètre, et on lave la partie fibro-gélatineuse avec un jet d'eau en éventail. On lave plusieurs fois par décantation, en agitant avec une baguette de verre, de manière que la masse fibreuse soit dispersée le mieux possible dans l'eau, et en versant l'eau chaque fois sur le tamis. Tous les résidus sont recueillis finalement sur le tamis.

Il est nécessaire de triturer et d'essorer cette masse fibreuse, jusqu'à ce que celle-ci n'ait plus l'aspect gélatineux.

On immerge le résidu dans de l'acide acétique à 1 %; on lave de nouveau, on sèche à l'air et l'on pèse.

La perte de Lanital est de 1 à 1,5 %.

2° MÉLANGE DU LANITAL AVEC DES FIBRES VÉGÉTALES

Pour séparer le Lanital des fibres végétales, on a le choix parmi les méthodes suivantes (57) :

a) S'il s'agit du coton, on détruit complètement le Lanital par un traitement à l'ébullition avec une solution de NaOH à 12 %. L'opération dure une demi-heure.

(56) *Chimie et Ind.* (1939), 42, 451.

(57) *RUSTA*, (1937), 158 et *R. G. M. C.* (1937), 170.

b) Un traitement à l'acide sulfurique à 58° Bé, fait perdre au Lanital, à la température ordinaire, de 1 à 5 % de son poids, au bout d'une heure; par contre, les celluloses régénérées seront dispersées. Cette méthode est à conseiller dans le cas de rayones qui, après le traitement alcalin, perdent un poids important.

c) Le sulfocyanure de calcium peut être utilisé pour la séparation du Lanital et de la viscose, ce réactif permettant une dissolution rapide des fibres cellulosiques. Par un tel traitement, le Lanital perd de 4 à 5 % de son poids.

d) Puisque le Lanital contient de l'acide phosphorique, Ferretti (58) en donne une méthode de dosage.

Dans un matras de Kjeldahl, on traite 0,2 à 2 gr. de la substance (suivant la teneur en phosphore) par dix fois son poids de SO_4H_2 à 66° Bé. On chauffe à l'ébullition afin que les gaz SO_2 , SO_3 , CO_2 se dégagent. On ajoute ensuite une petite quantité de perchlorate de potassium. Après quelques instants, la substance devient incolore. A ce moment, on dilue avec un égal volume d'eau; on chauffe à l'ébullition, on refroidit, et dilue à 100 cm³. On en prélève 10 à 50 cm³ que l'on neutralise par l'addition de carbonate de sodium.

Au liquide neutre, on ajoute 10 cm³ d'une solution contenant 7,2 % de molybdate d'ammonium, et 120 cm³ de SO_4H_2 concentré (pour un litre). On ajoute 1 cm³ d'une solution à 1 % de sulfate d'hydrazine, et on porte le volume à 90 cm³. On maintient au bain-marie bouillant, pendant 15 minutes.

Après refroidissement, on amène à 100 cm³.

Le liquide est bleu, plus ou moins foncé, suivant sa teneur en phosphore. On le dose colorimétriquement avec un photomètre à graduation de Pulfrich. La méthode donne des chiffres très exacts.

e) Une autre méthode (59), qui semble parfaitement applicable, est celle de Bell-Doisy-Briggs, à l'hydroquinone et à

(58) Chimie et Ind. (1939), 42, 451.

(59) Bull. Soc. Chim. Biol. (1939), 21, 139-142.

l'acide sulfomolybdique, qui est pratiquement spécifique du phosphore, même dans des milieux biologiques complexes; elle est quantitative, à condition de ne pas dépasser une dilution de 40 cm³ lorsque l'on opère avec 2 cm³ de réactif sulfomolybdique et 1 cm³ du réactif sulfite hydroquinone.

PARTIE EXPERIMENTALE

COMPOSITION DE LA FIBRE

Le Lanital sur lequel nous avons travaillé est d'une fabrication antérieure à janvier 1939; il nous a été aimablement procuré par le Comptoir des Textiles Artificiels.

Nous désignons ce produit sous le nom de Lanital ordinaire.

Certains essais ont été faits avec du Lanital anglais fabriqué par Courtauld's à Bradford (Westcroft Mill) auquel nous appliquons le terme donné par le fabricant, c'est-à-dire : *Casein-fibre*.

COMPOSITION DES CENDRES.

Nous avons d'abord procédé au dosage des cendres.

Nous observons qu'il est difficile d'obtenir des cendres blanches par la méthode ordinaire, c'est-à-dire par incinération menée très lentement.

Par contre, si l'on introduit la matière dans le mouffle préalablement porté au rouge vif, on obtient après 2 ou 3 heures, *des cendres parfaitement blanches*.

A. — *Lanital ordinaire*

Taux des cendres obtenu à partir du Lanital ordinaire, sec : 4,39 %.

L'analyse de ces cendres nous a donné :

Principaux constituants	100 gr. de cendres renferment :	100 gr. de Lanital
Insoluble dans les acides....	11 gr.	0,48 gr.
P ₂ O ₅	45 gr.	1,97
Al ₂ O ₃	13 gr.	0,57
Ca O.	4 gr.	0,18

Interprétation des résultats.

Parmi les composants trouvés à l'analyse, seuls, le phosphore et la chaux peuvent être attribués à la matière première de filature, soit la caséine; les autres constituants des cendres ont été incorporés au cours de la fabrication de la fibre.

Suivant les auteurs, le taux de phosphore d'une caséine parfaitement déminéralisée est variable, mais n'est point inférieur à 1,85 %.

Plimmer et Bayliss (1) entre autres auteurs, ont signalé la facilité avec laquelle l'acide phosphorique est séparé de la caséine par un traitement alcalin, même si l'alcali est dilué (1 %) et froid.

Puisque nous retrouvons une quantité d'acide phosphorique assez voisine de celle contenue dans la caséine, il faut admettre que les traitements alcalins subis par la caséine, en vue de sa dissolution pour la filature, ont été ménagés.

Le taux de chaux est très peu élevé, et prouve que la caséine utilisée a été bien déminéralisée, suivant les indications du brevet, soit un séjour plus ou moins prolongé de matière première en bain acide au pH 3.

Enfin, la caséine ne comportant pas d'aluminium dans sa constitution, il est probable qu'on a ajouté au bain de durcissement; comme le propose le brevet, un sel d'aluminium dont la fibre a fixé l'alumine.

B. — Caséine fibre

Taux de cendres : 4,16 %

Ces cendres sont légèrement rosées, ne renferment que des traces d'insoluble, mais contiennent, par contre, des traces notables de fer.

L'analyse sommaire de ces cendres nous a donné les résultats suivants :

(1) Plimmer et Bayliss, Journ. of Physiol. (1905-1906), 33, 439.

Constituants	Dans 100 gr. de cendres	Dans 100 gr. de fibre
P_2O_5	52 gr.	2,16
Al_2O_3	31 gr.	1,29
CaO	14 gr.	0,58
Fe_2O_3	1 gr.	0,04

Interprétation des résultats.

Le taux de chaux trouvé dans la caséine fibre est particulièrement significatif : il indique que la caséine utilisée contient encore une proportion appréciable de son phosphate tricalcique constitutif, et qu'elle a été moins parfaitement déminéralisée que la caséine utilisée pour le Lanital ordinaire.

Le fer peut provenir des eaux qui ont servi à la dissolution de la caséine. La proportion en est assez faible pour ne pas affecter la couleur de la fibre, en milieu neutre. En milieu alcalin, la coloration rougeâtre s'accroît.

DOSAGE DU MÉTHANAL DANS LE LANITAL

On ne trouve dans la littérature technique qu'une seule indication concernant le taux de formol fixé par le Lanital. Suivant l'auteur, ce taux s'élèverait à 2,5 % (2). Il n'est donc par lui aucun renseignement sur le mode de dosage.

Nous avons à notre disposition, pour ce dosage :

1° la méthode de Romijn que plusieurs chimistes ont utilisée pour la détermination du taux de formol combiné aux protéines du cuir et de la laine;

2° la méthode de J.-H. Highberger et C.-E. Retzsch (3);

3° une méthode colorimétrique utilisant le réactif de Grose-Bohle mise au point par Dœuvre (4).

La première de ces méthodes consiste à hydrolyser en bain légèrement acide bouillant, la protéine formolée, et à entraîner sous courant de vapeur le formol libéré qu'on dose, après refroidissement, dans le distillat, par la méthode iodométrique de Frésenius.

(2) Kunstseide u. Zellwolle (1938), 10, 347.

(3) Journal Am. Leath. Chem. Assoc. (1938), 33, 341.

(4) Bull. Soc. Chim. (1929) 45, 146. et (1936), 3, 612.

Tant pour le cuir que pour la laine, on constate que tout le formol fixé se trouve entraîné dans les premiers 500 cm³ de distillat.

Il n'en va pas de même pour le Lanital qui semble avoir fixé le formol plus énergiquement que les protéines du cuir ou de la laine. Et c'est pourquoi nous nous sommes trouvés amenés à modifier légèrement la façon de procéder.

La méthode de J.-H. Highberger et C.-E. Retzsch repose sur le principe suivant :

On attaque le cuir par l'acide sulfurique à 10 %, recueille le méthanal libéré dans une solution de sulfite acide de sodium à 1,2 %; lorsque la combinaison bisulfite-formol est achevée, on oxyde l'excès de bisulfite par l'iode, puis on détruit la combinaison formaldéhydebisulfite par addition d'une solution de carbonate de sodium à 5 %, et titre le bisulfite mis en liberté par une solution d'iode de titre connu (0,1 N.).

Bien que nous ayons suivi scrupuleusement le mode opératoire proposé par l'auteur, les résultats obtenus concernant le taux de formol fixé sur le Lanital, ne nous ont pas paru suffisamment concordants et c'est pourquoi nous y avons apporté quelques modifications qu'on lira plus loin dans la description de notre façon de procéder à l'hydrolyse du Lanital formolé.

Enfin, nous avons essayé la méthode colorimétrique qui utilise le réactif de Grosse Bohle.

On sait que ce réactif à base de fuchsine bisulfitée est éminemment sensible aux traces infinitésimales de formol.

Le Lanital formolé plongé dans ce réactif prend une coloration rose qui passe au bleu par addition d'acide chlorhydrique concentré. Nous avons constaté que cette coloration ne se produit plus pour le Lanital lorsque ce dernier a été hydrolysé en solution acide bouillante, pendant un temps suffisant, en sorte que cette réaction nous permet d'affirmer, si l'hydrolyse a été suffisamment poussée pour provoquer le départ de la totalité du formol fixé.

Ce réactif est préparé de la façon suivante :

On dissout 1 gr. de chlorhydrate de rosaniline dans 500 cm³ d'eau que l'on additionne de 25 gr. de sulfite de

sodium cristallisé préalablement dissout; on y ajoute 15 cm³ d'acide chlorhydrique (d: 1,12), et l'on complète à 1.000. On obtient, après un ou deux jours, un liquide à peine jaunâtre, prêt à servir, après filtration.

La méthode colorimétrique consiste à apprécier, à l'œil, par comparaison avec des témoins colorés, la quantité de formol fixé sur le Lanital.

Les résultats obtenus n'ont point été concordants pour des échantillons de même origine, et nous attribuons cet échec à l'impossibilité pour l'œil humain de procéder avec certitude à cette mesure. Au moins avons-nous retiré de tous nos essais l'avantage d'apprécier la sensibilité d'un réactif qui nous a permis, par la suite, de vérifier avec certitude la présence ou l'absence de formol dans nos échantillons.

Après de nombreux essais suivant l'une ou l'autre des méthodes proposées ci-dessus, nous nous sommes arrêtés au mode opératoire préconisé par J.-H. Highberger et C.-E. Retzch, et légèrement modifié par nous.

Nous en donnons la description détaillée :

Peser 1 à 2 gr. de cuir (le Lanital dans notre cas), et les placer dans un matras de Kjeldahl de 500 cm. placé en position verticale et raccordé à une boule de Kjeldahl. La boule est raccordée à un réfrigérant vertical aboutissant par un tube à dégagement à un Erlen de 300 cm³, contenant la solution de bisulfite.

Les quantités prescrites sont supérieures à celles prévues par la théorie, soit :

jusqu'à 0,04 gr.	HCHO	utiliser	10 cm ³	de SO ₃ HNa
— 0,08 gr.	—	—	25 cm ³	—
— 0,07 gr.	—	—	50 cm ³	—

Le tout étant disposé comme ci-dessus décrit, ajouter dans le matras 100 cm³ d'acide sulfurique à 10 % et commencer immédiatement la distillation en veillant à obtenir une ébullition régulière et à empêcher la carbonisation de la substance sur les parois. On continue la distillation jusqu'à ce qu'il ne reste plus que 10 cm³ environ de liquide dans le matras, et on l'arrête dès l'apparition de fumées blanches dans le

réfrigérant. On lave la boule, le raccord et le réfrigérant, et recueille les liquides de lavage dans l'Erlen. On laisse en repos 15 minutes.

On ajoute alors de 3 à 5 cm³ d'empois d'amidon et de l'iode jusqu'à virage franchement bleu. Ainsi on élimine l'excès de bisulfite. L'iode ainsi consommé ne sera pas compté dans le calcul, et c'est pourquoi il est important de ne pas dépasser le virage.

On ajoute alors de 10 à 15 cm³ d'alcool éthylique qui a pour but d'empêcher l'oxydation du bisulfite par l'air. On ajoute ensuite un volume de solution de carbonate de soude à 5 % égal au volume de bisulfite employé. On titre dès après que la coloration bleue initiale a disparu, mais on aura soin de verser la solution d'iode lentement. Vers la fin du titrage, l'absorption de l'iode est plus lente; on peut encore ajouter 2 à 3 cm³ de carbonate.

Le pH le plus favorable pour décomposer la combinaison bisulfitique sans que le bisulfite libéré risque de s'oxyder trop rapidement à l'air, se trouve aux environs du pH 9; un papier à la phénolphthaléine doit se colorer en rouge franc. La coloration ne doit pas disparaître après plusieurs heures.

La quantité d'iode 0,1 N utilisée, multipliée par 0,0015 donne le méthanal contenu dans la prise d'essai.

Nous avons appliqué rigoureusement cette méthode au dosage du méthanal combiné au Lanital, et n'avons trouvé que de 1,7 à 1,8 % de formol dans le Lanital sec.

Ce taux de formol fixé est apparu inférieur à la réalité. Nous avons attribué cet insuccès à l'insuffisance d'hydrolyse du Lanital formolé, et avons été amenés à apporter à la méthode Highberger la modification suivante :

Nous procédons à l'hydrolyse préalable du Lanital formolé dans les conditions décrites ci-dessous.

Nous plaçons 1 gr. de Lanital dans un ballon surmonté d'un réfrigérant ascendant contenant 100 cm³ d'une solution d'acide sulfurique à 2 %. Nous amenons lentement à l'ébullition et la maintenons pendant 1 heure. Après refroidissement, nous lavons l'intérieur du réfrigérant et ajoutons cette

eau de lavage au liquide contenu dans le ballon et mesurons le volume total.

Nous prélevons 50 cm³ que nous plaçons dans le matras avec 50 cm³ d'acide sulfurique à 20 %, puis distillons suivant la méthode préconisée par Highberger. Nous croyons préférable de ne point opérer la distillation en présence du Lanital, de façon à éviter de provoquer, par concentration, de la liqueur sulfurique, la dissociation de la matière ou de son ensimage, et l'entraînement de produits indésirables de nature à fausser les résultats.

Nous vérifions enfin, par le réactif de Bohle, que le Lanital ainsi traité, abondamment rincé, ne contient plus trace de formol.

Cette façon de procéder nous a permis d'obtenir pour le taux de formol fixé par le Lanital, le chiffre le plus élevé de tous ceux trouvés, en pratiquant les diverses méthodes déjà décrites, soit 2,8 %.

Nous vous autorisons donc à le considérer comme exact pour le Lanital.

Il semble que le formol soit un peu plus solidement fixé sur la *Caséin-fibre*, qu'il ne l'est sur le Lanital. En effet, pour avoir un dégagement complet, il est nécessaire d'hydrolyser un peu plus longtemps.

Par une hydrolyse de 90 minutes, dans une solution bouillante d'acide sulfurique à 2,4 %, 100 g. de *Caséin-fibre* dégagent 2,88 % de formol; nous admettrons donc pour la *caséin-fibre* un taux de méthanal de 2,9 %.

PRODUIT D'ENSIMAGE DU LANITAL.

En effectuant une extraction de 100 gr. de Lanital avec de l'alcool, on a obtenu 2,5 gr. d'un corps fondant à 42° C. et se solidifiant vers 33° C. facilement émulsionnable dans l'eau.

Ce corps ne contient pas de groupements sulfonés et ne donne pas de cendres alcalines; il ne nous a pas été possible de déterminer sa nature exacte.

La *Caséin-fibre* contient à peu près la même quantité d'un corps identique.

Conclusions du premier chapitre

Composition du Lanital :

Cendres.	4,39 %
Produit d'ensimage	2, 5 %
Méthanal.	2, 8 %
Caséine (par différence)	90, 3 %

100

Composition de la Caséin-fibre :

Cendres.	4,16 %
Produit d'ensimage.	2,5 %
Méthanal.	2,9 %
Caséine par différence.	90,44 %

100

On voit donc que la composition de ces deux fibres est pratiquement identique.

PROPRIETES HYGROSCOPIQUES

Nous avons disposé, dans une série d'exsiccateurs contenant des mélanges d'eau et d'acide sulfurique, du Lanital préalablement séché sur vide sulfurique, pour la courbe d'absorption d'une part, et préalablement saturé de vapeur d'eau, pour la courbe de désorption, d'autre part.

Nous avons laissé en contact durant 10 à 15 jours, puis nous avons retiré les échantillons (pesant de 1 à 2 grs), nous les avons pesés à l'état humide, puis séchés dans l'étuve à 105°, et pesés à nouveau. Nous avons rapporté les quantités d'humidité ainsi déterminées à 100 gr. de fibre sèche.

Nous avons fait une série de déterminations, pour une température de 14° C., puis à 34° C., et nous avons traduit les résultats sur les courbes du graphique I.

Nous avons porté en abscisses les humidités relatives des diverses atmosphères calculées à partir des tables de Regnault et en ordonnées les humidités dosées, rapportées à 100 gr.

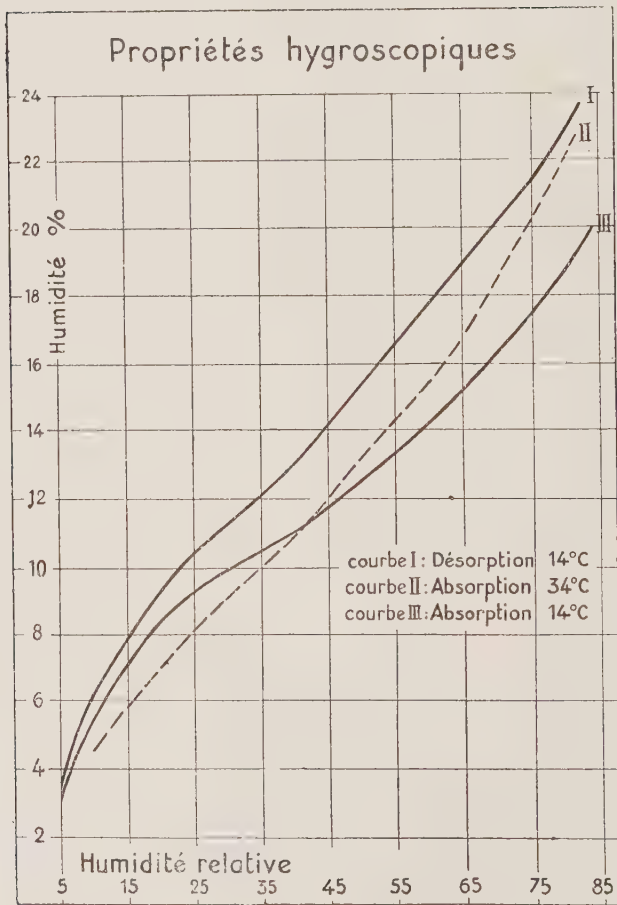
Les courbes que nous avons ainsi obtenues sont, comme la plupart des courbes d'absorption et de désorption des matières textiles, en forme de S.

Expérience à 14° C.

Degré Baumé SO_4H_2	Humidité relative	Humidité du Lanital sec (Absorption)	Humidité du Lanital humide (Désorption)
57,5	5 %	3,3 %	3,4 %
51	12,5 %	6,2 %	7,1 %
45,5	22,5 %	9,0 %	9,9 %
40,5	39,0 %	10,4 %	—
37,5	46 %	11,9 %	14,6 %
30,5	66 %	15,4 %	19,1 %
24	79 %	18,4 %	22,5 %
eau pure	100 %	50 %	—

Expérience à 34° C.

Humidité relative	Taux d'humidité du Lanital introduit sec (absorption)
10 %	4,5 %
19 —	6,9
28 —	8,9
38 —	10,6
47 —	12,5
60 —	15,3
82 —	24,6



Graphique N° I

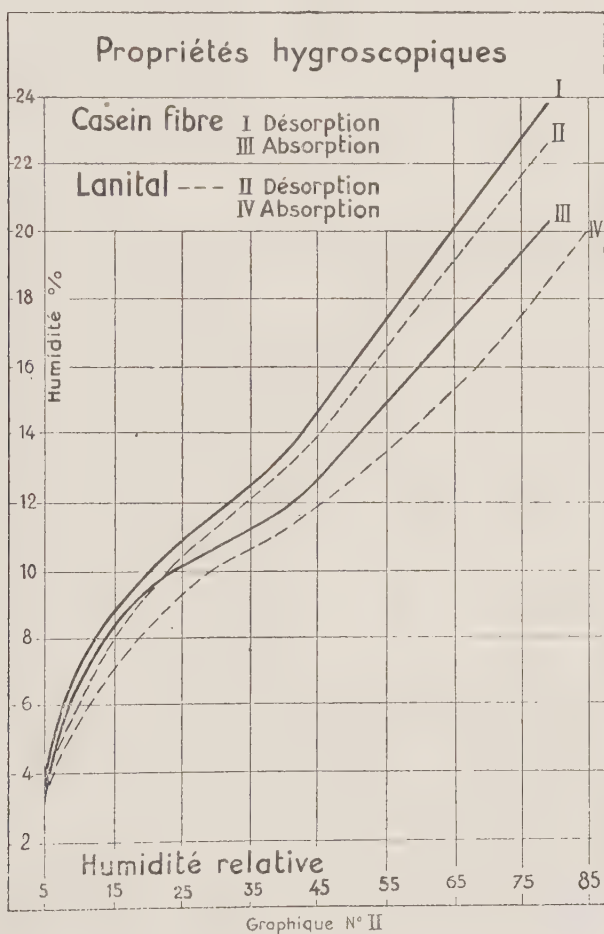
En comparant les deux courbes d'absorption, on constate :

a) Dans une atmosphère à l'humidité relative inférieure à 40 %, la fibre absorbe davantage d'humidité à basse température.

b) Si l'humidité relative est supérieure à 40 %, la fibre absorbe davantage d'eau à la température de 34° C.

Essais sur la Caséin-Fibre

La Caséin-fibre montre une courbe qui diffère de celle du Lanital en plusieurs points (fig. II).



Expérience à 12° C

Humidité relative	Taux d'humidité absorbée	Taux d'humidité désorbée
5	3,2 %	3,4 %
13,5	8,1 —	8,5 —
26	10,3 —	11 —
39	11,7 —	13,2 —
48	13,8 —	15,9 —
66	17,4 —	20,5 —
79	20,3 —	23,8 —

1° L'écart entre l'humidité absorbée et désorbée est moindre que pour le Lanital, malgré la durée identique de séjour dans les diverses atmosphères.

2° Dans l'ensemble, et surtout dans le cas de l'absorption, la caséin-fibre est plus hygroscopique que le Lanital.

GONFLEMENT DU LANITAL EN FONCTION DU pH

Nous jugeons inutile de revenir sur la théorie du gonflement des fibres textiles et, en particulier, sur la théorie du gonflement de la laine, qui a été exposée dans des travaux antérieurs (1); nous nous sommes contentés de déterminer expérimentalement la courbe de gonflement du Lanital, en fonction du pH, en suivant les indications données d'autre part par Rey et Guyot.

Pour chaque essai, nous avons pris 1 gr. de Lanital brut (0,88 gr. de Lanital sec) pour 100 cm³ de la solution correspondante.

La température était celle du laboratoire.

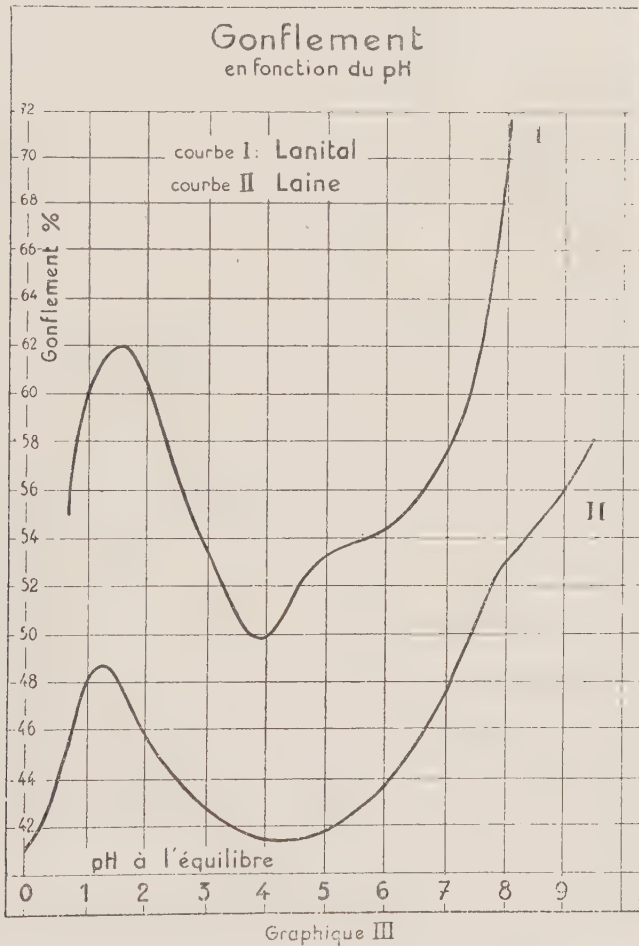
Une fois l'équilibre établi, entre la fibre et la solution nous avons effectué une centrifugation pour éliminer l'eau de capillarité. On a pesé la fibre humide, on l'a séchée jusqu'à poids constant, puis on l'a pesée à nouveau.

(1) Thèse de Doctorat : GUYOT Raymond (Contribution à l'étude des Soies artificielles, Lyon 1929).

Thèse de Doctorat : REY Georges (Contribution à l'étude de la laine, Lyon 1927).

Le gonflement est exprimé en gr. d'eau contenus dans la fibre, et rapporté à 100 gr. de fibre sèche.

Nous nous sommes servis d'une centrifugeuse pouvant faire 4.200 tours à la minute, et permettant d'effectuer 16 essais simultanés.



Sur le graphique III, on a porté en abscisse les pH à l'équilibre, et en ordonnée le taux d'humidité rapportée à 100 gr. de fibre sèche.

Sur le même graphique, on a donné la courbe de gonflement de la laine, effectuée dans des conditions semblables par MM. Meunier et Rey.

On constate que le Lanital, surtout dans la zone alcaline, est plus hydrophile que la laine. Le gonflement atteint des chiffres très élevés.

On observe un minimum, aux environs du pH 4 correspondant probablement au point isoélectrique du Lanital, différent de celui de la caséine qui se trouve aux environs du pH 4,7.

pH de la solution initiale	pH de la solution à l'équilibre	Gonflement
—	0,7	55 %
1,5	1,6	61
1,9	2,2	58,5
2,4	2,8	54,5
2,8	3,7	50
3,0	4,4	51,5
3,6	5,4	54
5,4	5,8	54
6,2	5,8	54
7,8	6,2	55
9,8	6,7	57
10,6	7,4	60
11,0	8,2	77
11,3	8,8	88
11,4	9,8	107
11,7	10,1	126
—	11,8	175

PROPRIETES DU LANITAL

Il était utile de constater la perte de poids que pouvait subir le Lanital pendant les diverses opérations manufacturières qu'il était appelé à subir ultérieurement et, en particulier pendant la teinture et l'apprêt; c'est pourquoi nous avons étudié successivement l'action de l'eau, des alcalis et des acides.

1° ACTION DE L'EAU

Nous pesons 1 gr. de Lanital dans lequel nous avons préalablement déterminé la teneur en humidité (à 105°).

En le mettant en contact avec 100 cm³ d'eau distillée, et en l'abandonnant pendant un temps variable, à une température constante, puis en le pesant, après dessiccation jusqu'à poids constant, nous avons obtenu les résultats ci-dessous :

Temps de l'action (heures)	Température de l'eau	Perte % de poids sec
1	38	0,3
6	38	0,3
24	38	0,4
96	38	0,7
216	38	1,6
1/2	85	1,0
2	85	1,2
8	85	1,9
8	100	4,3

Tandis que les autres échantillons n'ont pas changé d'aspect et de douceur au toucher, l'échantillon bouilli (au réfrigérant à reflux) a fortement jauni, s'est rétréci, et la fibre est devenue sèche.

2° ACTION DES ALCALIS

On a pris 1 gr. de Lanital (0 gr. 88 de Lanital sec) que l'on a mis en contact avec 100 cm³ d'une solution de soude caustique, et l'on a étudié la perte de poids en fonction du temps, de la température et de la concentration.

Les résultats obtenus sont consignés dans les tableaux ci-dessous :

ACTION DU TEMPS ET DE LA TEMPÉRATURE (entre 0 et 52° C)

	DUREE	0° C Perte	22° Perte	38° Perte	52° Perte
<i>NaOH</i> 0,1 %	1 heure	—	—	—	0,54 %
	6 —	—	—	0,5 %	0,8 —
	24 —	0,1 %	0,6	0,8 —	1,56 —
	96 —	0,0 —	0,87	1,1 —	1,82 —
<i>NaOH</i> 1 %	1 heure	0,43 %	0,13	1,3 %	1,8 %
	6 —	0,70 —	3,10	4,3 —	6,4 —
	24 —	2,0 —	4,53	5,7 —	17,1 —
	96 —	2,1 —	5,16	12,1 —	57,8 —
<i>NaOH</i> 2 %	1 heure	0,54 %	0,54	1,66 %	5,4 %
	6 —	0,84 —	2,71	4,68 —	10,0 —
	24 —	1,06 —	4,56	12,30 —	25,0 —
	96 —	1,17 —	5,47	26,8 —	100,0 —

ACTION DE LA CONCENTRATION A 100°

<i>NaOH</i>	1 heure à 100° Perte %
0,05 %	2,2
0,1 —	5,0
0,15 —	7,7
0,2 —	23,0
1	Dissolution
2	—
5	—

On voit donc qu'au-dessous de 22° C., la perte n'est pas accusée, mais, à partir de cette température, si la concentration augmente, ou si la durée est prolongée, la perte devient

très forte, atteignant même la dissolution complète, par exemple si on laisse une solution de NaOH 2 % agir 4 jours à 52° C.

3° ACTION DES ACIDES

Des essais ont été effectués dans le but de se rendre compte de l'action des bains de teinture en colorants acides sur le Lanital.

Nous avons fait bouillir au réfrigérant à reflux, environ 1 gr. de Lanital dont le poids sec était connu. On a fait varier les temps d'ébullition et la composition des bains, tout en restant dans les limites des conditions de teinture.

A la suite du traitement, la fibre est devenue plus ou moins rose, ainsi que le bain.

Après l'ébullition, nous avons refroidi le ballon sous un courant d'eau, nous avons prélevé 50 cm³ de la solution pour y doser le méthanal. Les fibres qui se présentèrent sous la forme d'un amas plastique et gluant, ont été lavées jusqu'à disparition de l'ion SO₄, puis séchées à 105° C. jusqu'à poids constant.

On a obtenu les résultats ci-dessous :

Durée de l'action	Composition du bain	Perte en poids	Perte en méthanal % fibre	% HCHO
1 heure	(SO ₄ H ₂ 0,5 %)	8,8	2,4	85
2 heures	(SO ₄ Na ₂ crist. 2,5 %)	20	2,7	96
2 heures	(SO ₄ H ₂ 0,25 % SO ₄ Na ₂ crist. 1,25 %)	17	2,5	88

Nous avons également effectué une série d'essais à une température de 61° C. seulement, et en faisant varier seulement le taux d'acide sulfurique. Les conditions expérimentales étaient les suivantes :

Température : : 61° C.

Durée : 4 heures.

Sulfate de sodium cristallisé avec 10 mol. H₂O 10 gr.
pour 100 cm³ de la solution.

Les résultats obtenus sont consignés ci-dessous :

Concentration SO ₄ H ₂ %	HCHO dégagé % de Lanital	HCHO dégagé % de HCHO contenu
0	0,60	21,5
0,1	0,66	23,5
0,2	0,76	27
0,4	0,90	32
1	0,86	31,5
2	0,93	33
3	1,53	55
4	1 27	45,5
7.5	1 54	55
10	1,60	57

Il résulte de ce tableau, qu'en opérant à 61° seulement, la dénaturation du Lanital par perte de formol est beaucoup moins accusée.

ABSORPTION DES SELS DE CUIVRE

Nous avons constaté, incidemment, que l'eau, distillée dans un serpentin en cuivre, en présence du Lanital, colorait celui-ci en vert.

Nous avons, par ailleurs, constaté, par la réaction de Sisley, que l'eau distillée employée contenait du cuivre. (La réaction de Sisley consiste dans le virage du « vert direct B » au rose, en présence de cuivre, après 20 minutes de chauffage).

L'eau distillée dans le cuivre, après avoir subi pendant un certain temps l'action du Lanital, ne donne plus la réaction de Sisley, tout le cuivre ayant été fixé par le Lanital.

La caséine agit de la même manière que le Lanital.

Le coton, mercerisé ou non, n'a aucune action.

ABSORPTION DU CHLORURE DE ZINC PAR LE LANITAL

De même que la laine, le Lanital a la propriété d'absorber le chlorure de zinc de ses solutions, et cela d'autant plus, que la solution est plus concentrée.

Nous avons plongé 1 gr. de Lanital dans 100 cc. d'une solution de chlorure de zinc de concentration croissante. Nous avons laissé 30 minutes en contact, puis nous avons essoré

les flottes, sans lavage préalable. Nous avons laissé sécher, d'abord à l'air, ensuite à l'étuve à 105° C. Les parties de l'échantillon en contact avec les parois du pèse-filtre étaient grillées, d'autant plus fort que la solution était plus concentrée.

Dans nos conditions d'essorage, la bourre retient environ 130 % du liquide. Nous avons calculé les quantités de sel retenues par le liquide interfibreux, et nous les avons retranchées de l'augmentation du poids total.

Concentration en ZnCl_2 %	Augmentation totale du poids, %	ZnCl_2 absorbé %
1	4	2,5
2	8,1	5,1
3	10,6	6,2
4	14,5	8,6
5	16,6	9,3
7	22	12
10	33	19
15	40	18

D'après ces résultats, le maximum d'augmentation de poids est réalisé avec une solution contenant 10 % de sel. Pour les concentrations supérieures, la dissolution du Lanital dans le chlorure de zinc compense l'augmentation de fixation du sel.

CHARGE A L'ETAIN DU LANITAL

Nous avons appliqué une méthode de charge semblable à celle employée ordinairement pour la soie.

On a plongé la flotte dans une solution à 20° Bé de SnCl_4 . On a laissé en contact durant 1 heure, à la température ambiante, puis on a lavé à fond à l'eau courante. Ensuite on l'a plongée dans un bain de phosphate acide de sodium, maintenu à 55° C. Ce bain titrait 9° Bé à 20° C. Après 30 minutes de contact, on a lavé, comme précédemment, on a séché à 105°, et calculé l'augmentation du poids de la fibre. L'ensemble de ces opérations constitue un traitement.

Nous avons, sur différents échantillons, répété ce traitement 2, 3, 4, 5 et 6 fois, exactement comme les passes de charge successives que l'on fait sur la soie, industriellement.

Les augmentations de poids sont données dans le tableau suivant :

Nombre de traitements	Augmentation du poids % dans divers essais	Moyenne	Charge % à chaque traitement
1	23-30	26	26
2	52-70	61	35
3	111-122	116	55
4	195-202	198	82
5	256		58
6	293		37

Bien que l'on ait obtenu des résultats assez divergents, il reste établi que le maximum de charge se fait au quatrième traitement.

Le diamètre de la fibre, après le sixième traitement, n'a pas sensiblement augmenté. A l'état humide, le toucher est rêche, tandis qu'à l'état sec, la fibre devient cassante, et cela s'observe déjà après le premier traitement.

CHROMAGE DU LANITAL

Le chromage du Lanital est effectué dans le but d'augmenter la résistance de cette fibre à différents agents, en particulier à l'action de l'eau.

1° Essais à partir du chlorure chromique.

a) Essais à froid avec une liqueur de chlorure chromique de basicité 0.

Les essais ont été effectués en mettant 1 gr. de Lanital en contact avec 100 cm³ d'une solution de chlorure chromique à 0,1 % de Cr₂O₃. Dans ces conditions, il n'y a pas d'oxyde de chrome fixé, et il y a seulement fixation d'acide chlorhydrique provenant de l'hydrolyse du sel.

b) Essais à froid avec une liqueur de basicité Schorlemmer égale à 30.

Dans les mêmes conditions expérimentales, on a obtenu les fixations suivantes :

DUREE jours	Cr_2O_3 absorbé %	HCl absorbé %	Basicité du sel absorbé
1	0,69	0,83	+ 9
2	1,12	1,25	+ 20
5	1,32	1,10	+ 40
7	1,38	1,10	+ 43
11	1,44	1,38	+ 40

2° Essais à partir de l'alun de chrome

a) Solution d'alun de chrome et de potassium à 0,1 % de Cr_2O_3 , et à basicité 0.

On a employé 100 cm³ de la solution pour 2 grs de Lanital, et l'on a obtenu les résultats ci-dessous :

DUREE	Cr_2O_3 absorbé %	SO_4H_2 absorbé %
1 heure	0,38	1,12
2 —	0,57	1,39
6 —	0,77	2,24
1 jour	1,32	2,24
2 —	1,42	2,82
4 —	2,29	4,33
5 —	2,50	4,78

b) Solution d'alun de chrome 0,095 % de Cr_2O_3 et à basicité 30.

On a employé 100 cm³ de solution pour 1 gr. de Lanital. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau ci-dessous :

DUREE	Cr ₂ O ₃ absorbé %	SO ₄ H ₂ absorbé %	Basicité du sel absorbé
1 jour	0,97	1,48	+ 21
2 —	1,21	2,22	+ 4
4 —	1,33		
5 —	1,40	3,14	— 17
7 —	1,53		
11 —	1,82	4,07	— 21
20 —	2,16	4,07	0
30 —	2,50	3,90	+ 18

A noter qu'à quantité de chrome fixé égale, les échantillons sortant des solutions à basicité 0, sont nettement plus verts que ceux qui sortent des solutions à basicité 30.

D'autre part, il convient de remarquer que le chromage du Lanital peut être effectué par la méthode à deux bains, le premier bain étant constitué par une solution d'acide chromique qui colore la fibre en jaune, et le deuxième bain étant constitué par une solution d'hyposulfite de soude légèrement acidifié, déterminant la réduction de l'acide chromique à l'état d'oxyde de chrome.

ETUDE DU LANITAL QUINONE

L'étude de l'action de la quinone sur le Lanital méritait d'être examinée, en raison des résultats obtenus, avec d'autres protéines, comme la peau et la laine, à la suite des travaux de Meunier et de Seyewetz (1).

Nous avons étudié la marche de la fixation de la quinone par le Lanital en fonction du temps. Pour cela, nous sommes partis d'une solution de quinone aussi pure que possible, contenant 2,48 gr. de quinone par litre.

Nous avons mis en contact 0,8800 gr. de Lanital sec avec 50 cc. de la solution dans un récipient bien bouché, — à l'obscurité — pendant des temps variables. Puisque les solutions de quinone ont la propriété d'évoluer, nous avons disposé, en même temps, des témoins, dans lesquels nous avons

(1) MEUNIER et SEYEWETZ. Sur une nouvelle méthode de tannage. *Compte Rendu de l'Académie des Sciences* (1908).

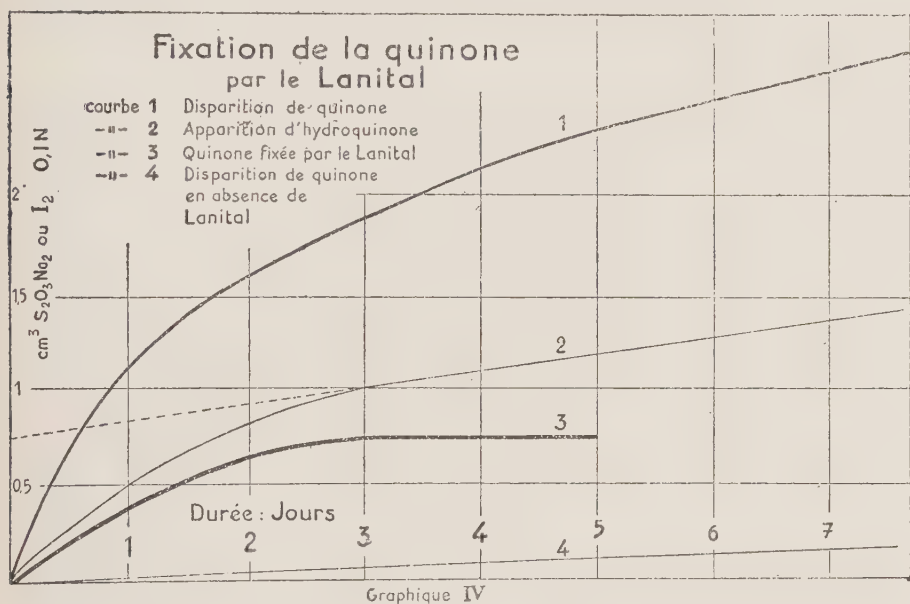
MEUNIER. Action de la quinone sur la laine. Voir brevet français n° 418.797. (1901).

dosé le taux de quinone disparue et d'hydroquinone apparue, afin de les comparer avec les essais correspondants contenant du Lanital.

La quinone était dosée en milieu acide, en présence de KI et d'empois d'amidon avec une solution de thiosulfate 0,1 N.

L'hydroquinone était dosée avec une solution d'iode 0,1 N en milieu alcalin (CO_3HNa).

Les résultats de nos déterminations sont exprimés sur le graphique IV par des courbes où l'abscisse indique le temps et l'ordonnée, le nombre de cc. d'iode ou de thiosulfate ajoutés à 10 cc. de chacun des essais. (50 cc. de solution de quinone pour 0,8800 gr. de Lanital).



La courbe 1 correspond à la disparition de la quinone en présence du Lanital ; la courbe 2 correspond à la formation d'hydroquinone qui en résulte ; la courbe 3 est la conséquence des courbes 1 et 2 et représente la quinone fixée par

le Lanital. La courbe 4 marque la perte en quinone des témoins. Tous calculs faits, on trouve que 100 gr. de Lanital sec fixent au maximum 2,56 gr. de quinone.

Nous avons effectué, d'autre part, deux séries d'essais :

1° 0 gr. 88 de Lanital + 50 cc. de solution à 2 gr. 24 de quinone par litre ;

2° 0 gr. 88 de Lanital + 50 cc. de solution à 1 gr. 78 de quinone par litre.

On constate que, dans les deux cas, la quantité de quinone fixée dans l'unité du temps a été la même ; elle est donc indépendante de la concentration de quinone, pourvu que cette dernière soit en excès.

Comme on le voit sur la courbe IV, au bout du troisième jour, la fixation est terminée, mais la disparition de la quinone continue.

GONFLEMENT DU LANITAL QUINONÉ

L'étude du gonflement du Lanital quinonné a été conduite comme celle du Lanital normal.

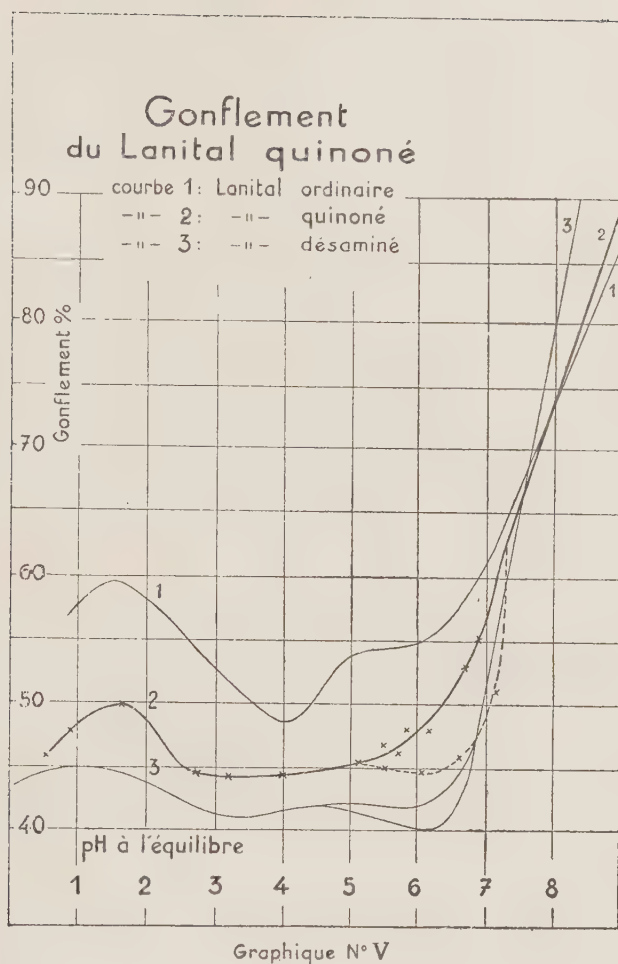
Nous avons effectué les divers essais en mettant en contact : 0 gr. 88 de Lanital quinonné à fond, avec 100 cc. d'une liqueur non tamponnée jusqu'à l'équilibre.

L'équilibre n'est pas atteint aussi rapidement que dans le cas du Lanital ordinaire. Il semble que, suivant le pH, il faut 10 heures et même davantage. La fibre ne change pas l'état d'une solution au pH 5,8.

Les résultats obtenus sont consignés sur les courbes V qui montrent que pour tous les pH inférieurs à 7, le gonflement du Lanital quinonné est moins accentué que celui du Lanital normal.

RÉSISTANCE AUX ALCALIS DU LANITAL QUINONÉ

La dissolution, dans la soude, du Lanital quinonné n'est pas aussi régulière que la dissolution du Lanital ordinaire et les résultats de deux essais, dans des conditions identiques, ne sont pas les mêmes.



En règle générale, le Lanital quinoné est moins résistant que le Lanital ordinaire.

Les résultats comparatifs sont consignés dans le tableau ci-joint.

Traitement	Température	Durée	Perte en poids du Lanital quinoné (valeurs extrêmes)	Perte en poids du Lanital ordinaire
H ₂ O.	100° C.	8 h.	4,3	4,3
NaOH 1 %	21° C.	1 h.	1,3	0,13
		96 h.	8,3	5,15
NaOH 1 %	38° C.	24 h.	6,4 — 9,2	5,6
		96 h.	19,5 — 25,7	12,15
NaOH 2 %	38° C.	24 h.	14,2 — 15,1	12,3
		96 h.	54,0	26,8

Il résulte de ces essais que le quinonage n'est pas indiqué pour augmenter la résistance de la fibre contre les alcalis. En examinant la courbe de gonflement, on peut prévoir qu'en milieu acide, le Lanital quinoné sera plus résistant que le Lanital ordinaire.

TEINTURE EN NOIR A L'HÉMATINE DU LANITAL QUINONÉ

Nous avons fait des essais de teinture avec l'hématine à des degrés d'oxydation différents. Ces produits ont été employés à une même concentration de 0,2 %.

Nous avons déterminé la quantité d'hématine nécessaire pour obtenir un noir fourni, en opérant pendant 4 heures à 90° C.

a) *Hématine non oxydée :*

Pour 0 gr. 2 de Lanital ordinaire, il a fallu 15 cc. d'une solution à 0,1 %.

Pour le même poids de Lanital quinoné 4 jours, il n'en a fallu que 10 cc.

Le noir obtenu avec le Lanital ordinaire avait un reflet bleuâtre, le noir du Lanital quinoné avait un reflet grisâtre. Il était plus pur, mais moins fourni.

b) *Hématine suroxydée :*

Sur le Lanital ordinaire, le noir obtenu, même avec un excès, avait une nuance bleuâtre.

Avec le Lanital quinoné, la nuance était plutôt brune.

LANITAL DESAMINE

La désamination du Lanital a été effectuée comme suit :

Pour 40 grammes de Lanital, nous avons utilisé :

— nitrite de sodium.....	12 gr.
— acide acétique.....	140 cc.
— eau.....	1.000 cc.

Nous avons mis un grillage sur les fibres pour éviter le contact de l'air. Après 24 heures, nous avons chauffé pendant 30 minutes à 30° C., puis laissé au repos durant 24 heures. Le produit est devenu jaune. Nous avons effectué des lavages prolongés jusqu'à disparition des réactions du nitrite.

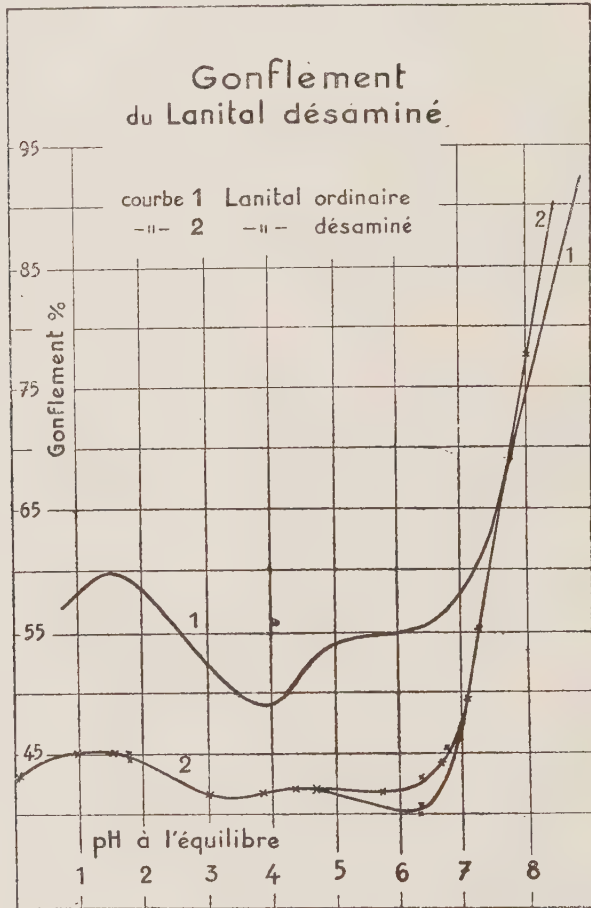
La dessiccation sous vide, vers 90°C. a provoqué une coloration marron avec des reflets roux.

ETUDE DU GONFLEMENT

Environ 1 gr. de ce produit a été plongé dans des solutions à pH différents, et laissé en contact jusqu'à équilibre. Les échantillons ont été centrifugés ensemble, pesés à l'état humide et à l'état sec. La différence de poids représente le gonflement :

pH de la solution terminale	pH de la solution terminale	Gonflement
0	0	43,2
—	1,0	44,7
1,2	1,6	45,5
2,0	1,8	44,5
2,8	3,0	41,2
3,9	3,9	41,6
3,9	4,3	41,5
6,2	4,6	41,4
9,0	5,8	41,2
9,4	6,3	40,7
10,1	6,3	40,0
10,1	6,3	42,5
10,7	6,7	44,5
10,7	6,8	45,8
11,1	7,1	49,0
11,1	7,2	57,4
11,4	8,8	119
11,6	10,2	137
—	12,4	198

Ces résultats, exposés dans le graphique V, sont tout à faits concordants dans la zone acide, mais au point d'inflexion de la courbe, entre le pH 5,5 et le pH 7, certains essais ont donné des points dans la courbe inférieure.



On voit que, dans la zone acide, les maxima et les minima sont peu marqués ; en outre, la fibre désaminée est plus fortement gonflée par les solutions alcalines que la fibre ordinaire.

DÉSAMINATION A L'OBSCURITÉ

Si l'on expose à l'action de la lumière du jour la fibre désaminée à l'obscurité, on constate un dégagement gazeux, en même temps que la couleur de la fibre devient plus foncée. La composition du bain de désamination est toujours la même, c'est-à-dire :

15 gr. de nitrite de sodium ;

40 cc. d'acide acétique complété à un litre par de l'eau.

Travaillant à l'obscurité en faisant varier la température de la désamination afin d'en juger le degré, nous nous sommes basés sur l'intensité de la coloration obtenue en copulant la fibre avec du B-naphtolate de sodium (toujours à l'obscurité).

Température de la désamination	Maximum de coloration obtenu après :
11° C.	60 h.
35° C.	24 h.
50° C.	6 h.
71° C.	1 h.

L'échantillon traité à 71° C. a produit les couleurs les plus foncées.

Des essais comparatifs avec de la soie cuite et de la laine à la température de 11° C., nous ont montré que la diazotation de la soie est terminée après 40 heures, et celle de la laine après 24 heures.

Le Lanital incomplètement diazoïé puis copulé, a une franche fluorescence rouge à la lumière de Wood, tandis que la laine ou la soie n'en présentent pas.

MESURES DYNAMOMETRIQUES

La résistance à la traction jusqu'à rupture et l'allongement sous l'effort de traction sont, pour une fibre textile, celles de ses propriétés mécaniques qu'il importe le plus d'étudier. D'elles, en effet, dépend la résistance à l'usage de l'article confectionné.

On procède à la mesure de la force et de l'allongement sur des microdynamomètres. On peut ramener ce genre d'appareils à deux types : l'appareil de Poutillon et la micro-machine de Chevenard.

APPAREIL TYPE POUTILLON

Dans cet appareil, la fibre est fixée entre deux pinces, dont l'une est fixe, l'autre mobile. Cette dernière est solidaire d'un flotteur, en forme d'aréomètre, qui plonge dans l'eau d'une éprouvette munie à sa partie inférieure d'un robinet d'écoulement.

Ce flotteur comporte à l'intérieur du tube une réglette divisée.

Au début de l'opération, le flotteur est parfaitement équilibré par l'eau qu'il déplace, le niveau du liquide affleure au zéro de la réglette et la fibre ne subit aucun effort de traction.

Lorsqu'on fait écouler l'eau de l'éprouvette, le flotteur est sollicité à descendre et exerce sur la fibre une force de traction proportionnelle au poids du volume d'eau écoulé et représenté par la partie émergente du flotteur.

Tenant compte de la section du flotteur et de la dénivellation au moment de la rupture, on calcule la force de rupture.

Cet appareil est muni d'un dispositif de leviers relié à une aiguille qui se déplace en face d'un cadran et permet de mesurer l'allongement de la fibre.

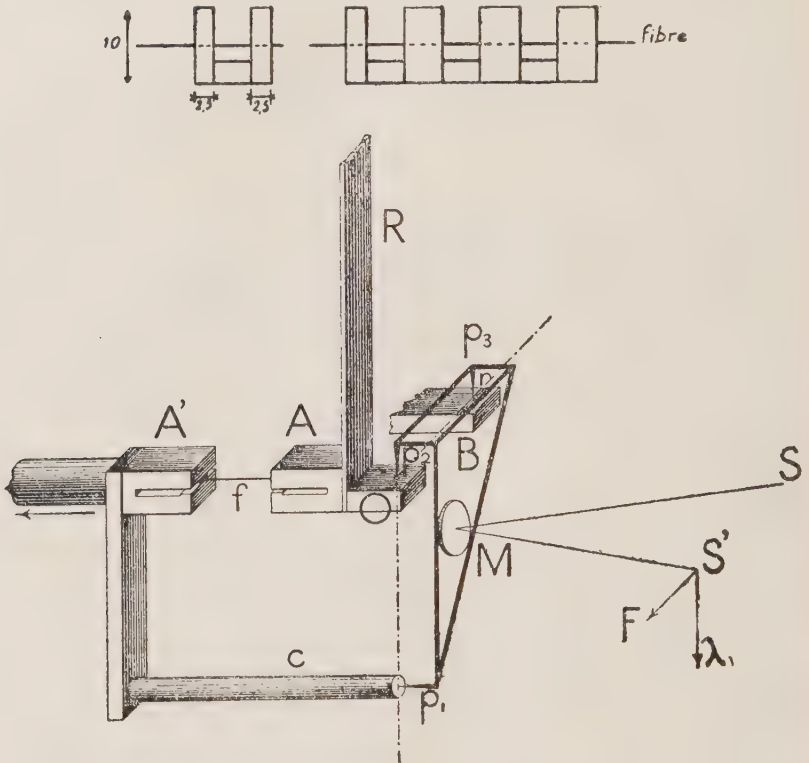
Les essais se font sur des éprouvettes de 10 mm. de longueur. Les chiffres obtenus à l'aide de cet appareil sont des chiffres bruts, de résistance à la rupture et d'allongement total. Ils ne nous disent rien du comportement de la fibre au cours de l'essai.

Or, il n'importe pas surtout de connaître, pour une fibre, sa capacité de travail absolue, c'est-à-dire la quantité de travail potentiel emmagasiné dans le textile utilisable jusqu'à sa rupture, sous l'effet d'une charge, mais bien sa capacité de travail utile, c'est-à-dire la somme de travail utile qu'il peut fournir par déformation élastique, sans déformation permanente ; c'est *sa résistance à l'usage*.

Ces déterminations ne peuvent se faire qu'à l'aide d'un graphique établi par un dynamomètre enregistreur ; ce graphique permet, en effet, de calculer le travail par l'intégration de la courbe donnant les variations de la force et fonction de l'allongement.

Encore faut-il que ce dynamomètre présente toute garantie au point de vue de l'exactitude des mesures. La micro-machine de Chevenard répond à cette condition. Les ressorts qu'elle utilise ont été minutieusement étalonnés ; les vitesses de traction sont très faibles et ne communiquent au système mécanique en mouvement, qu'une force vive $1/2 m. V^2$ pratiquement négligeable par rapport à la force de charge de rupture de l'éprouvette. La vitesse maxima ne dépasse pas, en effet, 0,018 mm. seconde.

MICRO-MACHINE DE CHEVENARD (1)



La fibre est serrée à ses deux extrémités dans des pinces mordaches A et A'.

La pince A est portée par un ressort à lame R dont les déformations enregistrent les charges. L'autre pince A' est entraînée de droite à gauche par le jeu d'un moteur électrique; son déplacement sert à mesurer les allongements. L'amplificateur des charges et des allongements est obtenu à l'aide d'un levier optique P_1 , P_2 , P_3 , portant un petit miroir M. Ce levier de forme triangulaire est articulé autour d'un point fixe P_3 ; il obéit, aux deux autres sommets du triangle P_2 et P_1 , aux efforts de charge et au mouvement d'allongement.

(1) Bull. Soc. Mulhouse (1938), 54, 6, 265 à 271.

La courbe décrite par le point lumineux-image S' représente la force de traction (coordonnée F), en fonction de l'allongement de la fibre (coordonnée λ).

L'amplification de l'allongement est différente suivant que les pointes P_1 ou P_4 s'appuient sur les coulisseaux c ou c' .

La préparation des éprouvettes se fait suivant la méthode décrite par Mlle Bossuyt (2). Une bande de papier de 0,10 à 0,15 mm. d'épaisseur est découpée en forme de peigne à larges dents. On les enduit de colle, y dispose la fibre en la tendant légèrement et recouvre chaque dent d'un petit rectangle de papier encollé lui aussi. On sèche sous presse. En coupant la bande au travers de chaque dent, on obtient des éprouvettes en forme d'U, de longueur préalablement choisie — soit de 2 à 20 mm. — qu'il sera facile d'introduire dans les pinces mordaches. Le montage terminé et le spot mis au point, il suffit de couper la bande support avant de commencer l'essai.

Nous nous sommes heurtés, dans l'utilisation de cet appareil, pour le Lanital, à des difficultés pratiques pour la détermination de l'allongement de cette fibre.

L'allongement % d'une fibre essayée sur dynamomètre se rapporte, on le sait, à la longueur de l'éprouvette. Celui du Lanital est tel qu'il nous a fallu utiliser des éprouvettes de 2 mm. pour obtenir la courbe complète charge de rupture-allongement total.

Pour obtenir plus de précision dans la réalisation d'éprouvettes d'aussi petite longueur, nous avons utilisé du papier millimétré et avons quelque peu modifié la méthode de préparation des éprouvettes préconisée par Mlle Bossuyt.

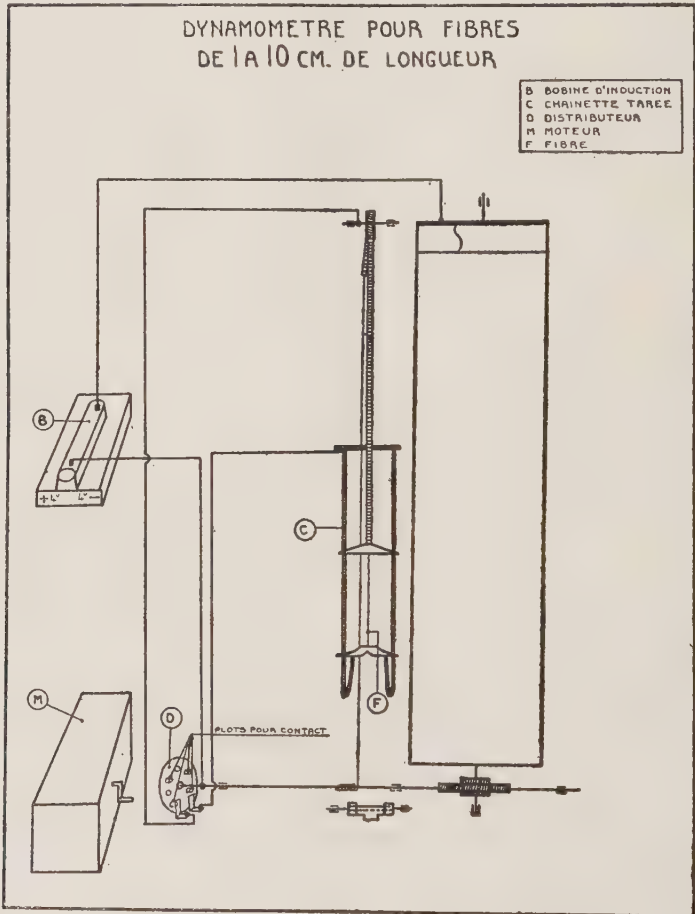
En opérant sur 2 mm. de fibre, en atmosphère normale, c'est-à-dire à 65 % d'humidité pour 18° C., nous trouvons un allongement total qui dépasse 100 %.

Cet allongement total est notablement supérieur à celui trouvé par divers auteurs qui ne nous ont pas dit sur quelle longueur de fibre ils avaient opéré, ni dans quelles conditions atmosphériques ils avaient exécuté leurs essais.

(2) V. Bossuyt : Bulletin Soc. Chim. Franc. (1936), 5, 3, 1975.

Nous nous réservons d'expliquer plus loin cette anomalie apparente.

Puisqu'il n'existait pas d'appareil enregistreur de la charge et de l'allongement, permettant de travailler sur des éprouvettes de quelques centimètres de longueur, nous avons été amenés à le créer (graphique VIII).



DESCRIPTION DE NOTRE APPAREIL

Le brin élémentaire d'une longueur de quelques centimètres (1 à 8 cm.) est placé entre deux index métalliques mo-

biles, disposés à faible distance d'un cylindre vertical, animé d'un mouvement rotatif uniforme.

L'index supérieur est soulevé par une chaînette, à la vitesse de 4 cm. minute, en décrivant un trajet rigoureusement vertical.

L'index inférieur entraîne, dans son mouvement, deux chaînettes parallèles dont les parties soulevées permettent, après étalonnage, de mesurer la charge.

L'enregistrement graphique continu est obtenu de la façon suivante : le cylindre métallique d'une part, et les deux index d'autre part, sont mis en relation avec les bornes du circuit secondaire d'une bobine d'induction. Le courant alternatif de haute fréquence ainsi créé produit alors entre les index et le cylindre, une succession rapide de fines étincelles électriques, dont le passage s'inscrit régulièrement en brun sur une feuille de papier tendue sur le cylindre, feuille qui a été préalablement imprégnée d'une solution aqueuse d'iodure de potassium et de chlorure de calcium.

On obtient ainsi, sur le diagramme, deux branches de courbes dont l'écartement progressif donne la mesure de l'allongement et la position de la branche inférieure repérée par rapport à l'origine, la valeur de la charge.

Si l'on examine les diagrammes obtenus d'une part, avec l'appareil de Chevenard et, d'autre part, avec le nôtre, on constate qu'une charge de deux grammes mesurée sur l'appareil de Chevenard, est représentée par une longueur de graphique de 7 mm. tandis que la même charge de 2 gr. est représentée, pour notre appareil, par une longueur de 200 mm. Et par ailleurs, la course dans notre appareil est plus lente, puisque la charge de 2 gr. s'inscrit en 24 secondes, à la vitesse minima, pour la micro-machine et en 300 secondes, pour notre appareil.

L'appareil de Chevenard, en effet, a été primitivement conçu et réalisé pour l'essai de fils métalliques résistants et d'allongement relativement faible.

Des observations précédentes, nous pouvons donc conclure que notre appareil est plus sensible et mieux adapté

aux essais d'éprouvettes de faible résistance et de grand allongement.

GENERALITES SUR LES DIAGRAMMES CHARGE-ALLONGEMENT DE LA LAINE ET DU LANITAL

Chaque fibre textile, naturelle ou artificielle, fournit, suivant sa nature, une courbe charge-allongement qui la caractérise.

Il nous paraît utile, puisque le Lanital est proposé comme un succédané de la laine, de donner d'abord, la courbe de cette dernière et d'en commenter le tracé (graphique IX, fig. 1).

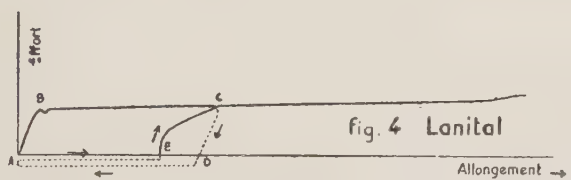
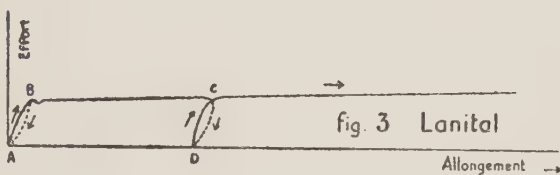
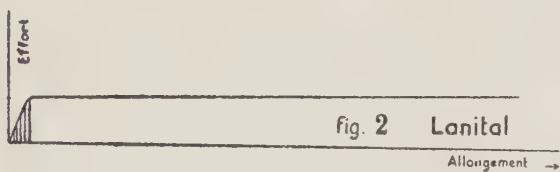
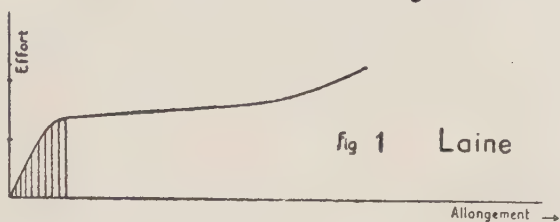
A. — LAINE.

On observe d'abord, dans une première période, un accroissement rapide de la force auquel correspond un allongement très faible; puis, dans une deuxième période, la fibre s'allonge sous l'action d'une force qui ne varie que faiblement; il est vraisemblable, qu'au cours de cette période, se produit le décollement cellulaire de la tunique épithéliale... Enfin, dans une troisième période, la force croît à nouveau jusqu'à la valeur qui correspond à la rupture.

La charge initiale, c'est-à-dire la charge enregistrée jusqu'au point d'inflexion de la courbe, équivaut aux 60 % environ de la force totale; l'allongement pour cette première partie de la courbe ne dépasse guère 7 à 8 %; l'allongement total atteint en moyenne 55 %, pour les éprouvettes de 10 m/m mesurées sur micro-machine Chevenard.

Cet allongement de première partie est dit élastique, car les cycles d'hystérésis de la laine montrent que cette fibre recouvre sa longueur primitive dès que cesse l'action de la force. Dans la seconde et troisième partie de la courbe, l'al-

Diagrammes. Charge-Allongement



Graphique IX

longement n'est que partiellement récupéré ; il se produit donc une désintégration cellulaire avec allongement permanent.

On conçoit que du point de vue de l'utilisation industrielle d'une fibre, il est particulièrement important de déterminer le point d'inflexion de la courbe charge-allongement, puisque l'intégration de la première partie de la courbe permet de mesurer la capacité de travail utile d'une fibre, c'est-à-dire le rôle utile qu'elle jouera dans le fil ou le tissu.

B. — LANITAL.

Nos premiers essais de résistance ont été exécutés sur la micro-machine de Chevenard. Après avoir essayé des éprouvettes de 10, puis de 5 millimètres de longueur, il nous a fallu abaisser leur longueur jusqu'à 2 mm. pour être en mesure d'inscrire sur la feuille diagramme de cet appareil, l'allongement total. Dans ces conditions, cet allongement total oscille entre 100 et 150 %.

Il faut travailler sur des éprouvettes de plusieurs centimètres de longueur pour obtenir des valeurs de l'allongement total, avant rupture, qui voisinent avec l'allongement moyen 60 % généralement accepté pour le Lanital.

Nous croyons pouvoir donner de ce comportement différent de la fibre, suivant les longueurs d'éprouvettes, l'explication suivante : l'étirage de la fibre, au cours de la traction exercée sur elle, ne se produit qu'en des zones de moindre résistance, tandis que les autres parties de la fibre restent à peine altérées, comme l'examen microscopique de la fibre étirée en témoigne. Or, l'allongement % d'une fibre se calculant par l'allongement réel rapporté à la longueur d'éprouvette, il est normal qu'on le trouve d'autant plus important que l'éprouvette mise en jeu était de moindre longueur.

Le tracé de la courbe du Lanital obtenue soit avec la micro-machine, soit avec notre appareil, présente une allure assez analogue à celui de la laine. On y retrouve, en effet, les trois parties de la courbe. Il faut noter, toutefois, que le passage du deuxième au troisième tronçon de la courbe est beaucoup moins accusé que dans le cas de la laine, et qu'il devient im-

possible de l'observer si l'on travaille sur des fibres en équilibre avec une atmosphère à 75 % d'humidité. Par contre, on trouve, entre la première et la deuxième partie de la courbe, un point d'inflexion très net, qui marque le passage de l'une à l'autre.

La charge initiale au point d'inflexion correspond sensiblement à 70-75 % de la charge totale et l'allongement élastique, dans cette première partie de la courbe est voisin de 4 % ; il est nettement inférieur à celui de la laine (graphique IX, fig. 2).

ESSAIS DYNAMOMETRIQUES

1° ESSAIS EN VUE DE LA DÉTERMINATION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES (RÉSISTANCE-ALLONGEMENT) DU LANITAL

Nous avons préalablement procédé à la détermination du diamètre de chacune des fibres qui devaient servir à nos essais. Leur diamètre moyen a été trouvé de 21,2 μ .

Ce lot de fibres a été mis à séjourner pendant plusieurs jours dans la chambre de conditionnement où nous avons réalisé l'atmosphère normale, soit :

- Humidité : 65 % ;
- Température : 18° C.

Dans cette même chambre maintenue, dans les conditions atmosphériques précitées, nous avons procédé, sur micro-machine Chevenard, aux mesures dynamométriques de 32 éprouvettes de 2 millimètres, prélevées sur 8 fibres différentes, et avons obtenu les résultats suivants :

— Diamètre moyen.	21,2 μ
— Charge initiale.	2,46 gr.
— Allongement élastique.	3,9 %
— Charge à la rupture.	3,38 gr.
— Allongement à la rupture.	119 %
— Résistance calculée au mm^2	9,6 kg.

Les mesures exécutées sur *notre appareil* l'ont été dans les conditions suivantes : avec un même brin de Lanital, nous avons réalisé, chaque fois, deux éprouvettes, l'une mesurant moyennement 1,6 cm., l'autre 5,7 cm.; en tout 50 éprouvettes en deux séries.

Ces éprouvettes ont été mises à séjourner en atmosphère normale pendant plusieurs jours et les essais exécutés dans cette même atmosphère.

On trouvera, ci-après, les résultats obtenus :

PREMIERE SERIE

Long. moyenne de l'é- prouvette en cent.	Charge initiale	Charge de rupture (en grammes)			Allongement total %		
		Moy.	Max.	Min.	Moy.	Max.	Min.
1,7		2,91	3,85	2,15	94 %	140 %	23 %
5,6	2,35	2,66	3,35	1,65	62 %	132 %	3 %

DEUXIEME SERIE

1,65		3,10	3,70	2	68 %	121 %	12 %
6,2	2,15	2,56	3,15	1,9	57 %	108 %	7 %

Moyenne sur 50 mesures.

Longueur de l'éprouvette en centim.	Charge initiale	Charge de rupture	*. Allongement total %
1,68		3,0 gr.	81 %
5,9	2,25	2,6 —	60 %

La moyenne des charges initiales jusqu'au point d'inflexion est le résultat de 27 essais sur les 50 ; dans les 23 autres essais, la fibre avait été rompue avant que ne soit atteint le point d'inflexion.

En raison de l'hétérogénéité de la matière, et conséquemment, des différences notables de résistance et d'allongement constatées d'une éprouvette à l'autre, les valeurs données ci-dessus ne peuvent évidemment être prises en valeur absolue. Il eut fallu exécuter les essais par centaines pour obtenir des valeurs moyennes approximativement vraies.

La conclusion qui se dégage cependant de nos essais est la suivante : la charge, et surtout l'allongement, diminuent quand la longueur de l'éprouvette augmente. Les résultats de nos essais groupés dans le tableau suivant en témoignent :

Diamètre moyen exprimé en millièmes de millimètres	Longueur de l'éprouvette	Résistance initiale calculée au mm ²	Résistance totale calculée au mm ²	Allongement total
22	2 mm.	7 kgs	9,6 kgs	120 %
22	17 mm.	—	7,9 —	80 %
22	59 mm.	5,9 kgs	6,8 —	60 %

Dans les mêmes conditions d'essais, une laine mérinos, finesse française 100, donne :

22	20 mm.	13,7 kgs	22,8 kgs	56 %
----	--------	----------	----------	------

I. — REMARQUES SUR LES PROPRIETES D'ELASTICITE ET DE PLASTICITE DU LANITAL

ELASTICITÉ DU LANITAL

Il était intéressant de vérifier si l'allongement du Lanital qui se produit sous l'effet de la charge jusqu'au point d'inflexion était de l'allongement, proprement dit élastique, c'est-à-dire susceptible de résorption totale et si l'allongement, dès après le point d'inflexion, était un allongement de déformation, sans récupération au moins partielle de l'allongement primitivement cédé.

Des diagrammes d'hystérésis pouvaient nous permettre de répondre à ces questions. Il ne nous était possible de les obtenir que sur la seule micro-machine de Chevenard qui, à raison de sa marche arrière permet au ressort, origine de l'effort, de revenir, à la même vitesse, à son point de départ.

Le graphique IX fig. 3 donne pour le Lanital, un diagramme avec cycles d'hystérésis, dans lequel on a porté sur l'axe des ordonnées, la charge ; sur l'axe des abscisses, l'allongement. Ce diagramme a été enregistré par procédé photographique.

Le point origine est en A. Jusqu'au point B, la fibre subit l'effort sans grand allongement. Si l'on inverse le sens de marche de la machine, le spot lumineux trace son cycle d'hystérésis en revenant au point A ; la fibre a donc recouvré sa longueur primitive. Il s'agit donc bien de déformation élastique.

Si on repart du point A, on constate un tracé de courbe jusqu'en B dont la superposition avec le premier est presque parfaite. En augmentant progressivement la charge, celle-ci se trouve compensée par l'allongement jusqu'au point C. Pour une seconde marche arrière, du point C, on ne revient plus au point A origine, mais au point D, situé sur l'ordonnée correspondant à la charge 0. La fraction d'allongement recouvré est représentée par la distance CD en projection sur l'abscisse.

Nous avons fait une série de 4 cycles d'hystérésis sur 4 éprouvettes tirées de la même fibre; les allongements minimum et maximum ont été de 8 et 87 %.

Nous donnons en un tableau les résultats de nos essais. Dans la première colonne, on lira l'allongement total au point C ; dans la deuxième, l'allongement permanent au point D ; dans la troisième, le coefficient de reprise élastique obtenu par différence des allongements aux points C et D ; dans la quatrième colonne, l'élasticité en % rapportée à l'allongement total, c'est-à-dire le rapport

Coefficient de reprise élastique $\times 100$

Allongement total

Allongement %		Coefficient de reprise élastique	Elasticité relative
au point D	au point C		
8	5,3	2,7	35
31	27	4,0	13
45	40	5,0	11
87	80	7,0	8

Le graphique IX fig. 4 exprime en une courbe les résultats de l'expérience suivante :

Arrivés au point D, au cours du cycle d'hystérésis, au lieu

de laisser s'achever ce cycle et progresser vers la rupture, nous faisons machine arrière, revenons au point origine, puis repartons à partir de ce point. Pendant le temps nécessaire à atteindre, la reprise de charge, soit 10 minutes, la fibre s'est rétrécie et ce sera au point E, et non au point D que se produira la reprise de charge. Nous avons constaté que ce point E sera d'autant plus proche du point origine que le temps de repos aura été plus long, comme on pourra s'en rendre compte à la lecture des chiffres du tableau suivant :

Allongement %		Coefficient de reprise Elasticité	élastique relative
au point C	au point E		
8	3,5	4,5	55
31	22	9	29
45	35	10	22
87	69	18	20

Les forces internes de cohésion des micelles joueraient donc dans le temps pour rendre à la fibre allongée et amincie sous l'effort, une forme et une structure qui tendent à reproduire la forme et la structure primitives.

La comparaison des chiffres des deux tableaux ci-dessus permet de constater que le coefficient de reprise élastique augmente d'autant plus que le temps de repos a été plus long.

De même, les coefficients de reprise élastique augmentent avec les allongements de la fibre, tandis que l'élasticité relative s'abaisse, autrement dit, le Lanital est d'autant moins élastique qu'il a été étiré davantage.

Il n'existe donc, pour le Lanital, comme pour la laine d'ailleurs, d'élasticité vraie, sans déformation, que pour la charge représentée par la première partie de la courbe, c'est-à-dire jusqu'au point d'inflexion.

PLASTICITÉ DU LANITAL

L'étude de la plasticité du Lanital a été faite sur la micro-machine de Chevenard.

En provoquant un déplacement de la mordache mobile, celle-ci entraîne à la même vitesse, la mordache solidaire du ressort, si l'éprouvette est parfaitement rigide ; elle ne l'entraîne plus qu'à une vitesse diminuée de l'allongement si la fibre est élastique.

Nous avons mis à profit cette particularité de la micro-machine pour étudier la plasticité du Lanital. Si une fibre à plasticité nulle est soumise sur micro-machine à l'arrêt, à un effort constant, force et allongement ne varient pas.

Au contraire, une fibre plastique, sous l'effort du ressort qui tend à reprendre sa position primitive, s'allonge et la charge va diminuant.

Au cours d'une mesure dynamométrique, nous avons arrêté le moteur de la micro-machine au moment où la force équivalait à 3,28 gr. et l'allongement approximativement à 100 %.

Nous avons constaté que la fibre de Lanital abandonnée à elle-même a donné lieu, dans le temps, aux pertes de charge suivantes :

<i>Durée du repos</i>	<i>Charge en grammes</i>
0 minute	3,28
1 —	2,76
3 —	2,30
13 —	2,18
30 —	1,90
2 heures	1,75
16 —	1,55

Les résultats précédents permettent l'interprétation suivante :

— Les forces de cohésion unissant entre elles les micelles qui constituent le brin de Lanital, sont faibles puisqu'elles s'apposent mal à l'étirement. Nous sommes donc autorisés à considérer cette fibre comme visqueuse et particulièrement plastique.

Nous pouvons observer, enfin, que si le déplacement de la force avait été suffisamment lent, c'est-à-dire eut duré 16 heures au lieu des 15 minutes environ que demande le tracé d'une

courbe sur micro-machine, on eut obtenu, comme résultat, non point une charge de 3 gr. 28, mais bien de 1 gr. 55. Encore ne sommes-nous pas assurés d'avoir atteint la limite de l'équilibre, au cours de cette expérience.

Cet essai démontre, en outre, la nécessité de s'entendre sur une vitesse bien définie du déplacement de la force, si plusieurs opérateurs veulent obtenir des résultats comparables.

II. — INFLUENCE DE L'ETAT HYGROMETRIQUE SUR LA RESISTANCE ET L'ALLONGEMENT DU LANITAL

Lorsque nous avons commencé les essais en vue de définir la variation de la résistance et de l'allongement du Lanital sous l'influence de l'humidité, la construction de la Chambre de Conditionnement n'était pas achevée.

Nous nous sommes trouvés dans l'obligation de vérifier, pour chaque série d'essais, l'état hygrométrique, à l'aide d'un psychromètre ventilé et la température.

Nous pouvons donner, comme certains, les résultats de plusieurs centaines d'essais dynamométriques (400) exécutés avec la machine Török sur des éprouvettes de 6 cm. environ dans des atmosphères à 18-20° C, pour des états hygrométriques de 80°, 65°, 40°, 30°. Nous donnons ces résultats dans le tableau suivant :

Etat hygrométrique	Charge totale en grammes	Allongement total
80°	2,4	77
65°	2,6	60
40°	3,0	26
30°	3,1	21

Dès la mise en marche de la chambre hygrométrique, dans laquelle il nous était possible de faire régner de façon constante — pendant tout le temps nécessaire à la mise en équilibre d'humidité de nos éprouvettes de Lanital, soit 48 heu-

res — des atmosphères à des degrés hygrométriques différents, nous avons pu exécuter sur micro-machine de Chevenard, une cinquantaine d'essais sur éprouvettes de 2 mm., à 77°, 65°, 55° hygrométriques. Nous avons groupé les résultats dans le tableau suivant :

Diamètre moyen des fibres en millièmes de millimètre	Degré hygromé- trique	Charge initiale en grs.	Allonge- ment initial %	Charge totale	Allongement total
22	55°	2,7	3,7	3,7	103
	65°	2,5	4,0	3,4	119
	77°	2,3	5,0	3,0	160

Nous faisons, tant pour les essais sur micro-machine que pour les essais sur notre appareil, les mêmes constatations, à savoir que la charge s'abaisse légèrement et que l'allongement augmente considérablement avec le pourcentage d'humidité dans l'atmosphère. C'est ainsi que pour les éprouvettes de 6 cm., l'allongement passe de 21 % à 77 % pour des humidités relatives croissant de 30 à 80 % ; il passe, pour les éprouvettes de 2 mm., de 103 à 160 %, pour des humidités relatives croissant de 55 à 77 %.

Il n'est pas douteux qu'on peut trouver dans ces observations, l'une des raisons pour lesquelles on constate de notables différences entre les valeurs données pour la charge et l'allongement du Lanital, par divers auteurs, qui ne disent pas sur quelle longueur de fibre et dans quelles conditions hygrométriques ils ont opéré.

Pour compléter l'étude de l'influence de l'humidité sur le Lanital, nous estimons intéressant de donner les valeurs de charge et allongement du Lanital mouillé, mesurées sur notre appareil.

Pour le préparer à l'essai, nous avons immergé un lot de cette fibre dans l'eau distillée, pendant 30 minutes. Au cours de la mesure, nous avons humidifié le brin en essai, par une vaporisation d'eau continue. Les résultats obtenus sont les suivants :

Longueur de l'éprouvette en cm.	Charge totale	Allongement %
5,9	1,4	110
1,6	1,55	135

La charge totale a diminué de moitié tandis que l'allongement a presque doublé et il est impossible de définir de transition de la première à la seconde partie de la courbe.

Mouillée, la fibre apparaît avoir perdu presque toute son élasticité permanente. On conçoit avec quelles précautions il y a lieu de la manutentionner à l'état humide.

III. — ESSAIS DYNAMOMETRIQUES SUR LE LANITAL TRAITE PAR L'ACIDE

Nous avons tenté quelques essais de mesure d'éprouvette de 2 mm. de Lanital mouillé, sur micro-machine. En aucun cas nous n'avons pu observer de point d'inflexion net ; en aucun cas nous n'avons pu enregistrer l'allongement total qui a dépassé régulièrement 200 %.

Ces essais ont pour but de rechercher le comportement du Lanital vis-à-vis des acides et spécialement des milieux acides de teinture ; c'est pourquoi nous avons opéré à 100 et à 60° C.

Pour l'essai, nous disposons chaque fibre, dont le diamètre a été préalablement mesuré, sur un film cellulosique et la fixons, sans tension à chacune de ses extrémités, par une goutte de collodion. Ainsi, nous évitons le collage des fibres traitées en mèches, et la difficulté d'extraction de chaque brin élémentaire à partir de la masse de fibres collées.

Traitement acide à l'ébullition.

Les fibres de Lanital disposées sur support cellulosique ont été traitées dans un bain monté à 2,5 % de sulfate de sodium, et 0,5 % d'acide sulfurique et maintenu à l'ébullition pendant une heure.

Le diamètre des fibres qui était avant traitement de $21\ \mu$ n'était plus que de $15\ \mu$ après traitement.

La fibre séchée, mise à l'équilibre en atmosphère normale et essayée sur micro-machine, possède les caractéristiques suivantes :

Charge initiale en grammes	Allonge- ment initial %	Charge totale en gram.	Allonge- ment total %	Force kg. initiale	mm ² totale
0,53	1	1,3 gr.	110	1,5	3,8

Nous rappelons, ci-dessous, les valeurs caractéristiques du Lanital, de même diamètre, non traité :

2,37	3	3,14 gr.	125	6,8	9,1
------	---	----------	-----	-----	-----

On constate une diminution de la charge initiale de 77 %, et de la charge totale de 58 %.

Si l'on traite le Lanital dans un bain acide de même concentration, mais à une température de 60°C. , pendant une heure et demie, on obtient :

Force initiale	Allonge- ment initial %	Force totale	Allonge- ment total	Force kg. initiale	mm ² totale
1,45	2,4	2,63	130	4,2	7,6

Il faut constater, dans ce dernier cas, que la diminution de résistance est de beaucoup moins importante, affecte surtout la charge initiale (38 %), tandis que les autres valeurs ne sont pas sensiblement modifiées.

IV. — INFLUENCE DU QUINONAGE SUR LA FORCE ET L'ALLONGEMENT DU LANITAL

Les fibres du Lanital quinonées destinées à nos essais ont séjourné pendant plusieurs jours dans l'atmosphère normale de la chambre hygrométrique et ont été essayés sur notre ap-

pareil dans les mêmes conditions d'humidité et de température, soit : humidité relative 65 %, température 18° C.

Nous avons prélevé sur chaque brin, deux éprouvettes de longueur différente et exécuté 25 essais par série ; les caractéristiques de résistance et d'allongement sont les suivantes :

Longueur moyenne des éprouvettes en cm.	Charge initiale	Charge totale	Allongement total %
1,46		2,90	73 %
5,9	2,34	2,60	50 %

On avait obtenu, pour le Lanital ordinaire essayé dans les mêmes conditions :

1,68		3,—	81 %
5,9	2,25	2,6	60 %

La lecture de l'ensemble des chiffres précédents nous permet de constater une légère augmentation de la charge initiale et un abaissement assez sensible de l'allongement total (10 à 15 %).

Les résultats des 10 essais pratiqués sur éprouvette de 2 mm. sur micro-machine de Chevenard, conduisent aux mêmes conclusions :

Diamètre moyen.	23 μ
Force initiale.	1,97
Allongement initial.	3,7 %
Force totale.	3,42
Allongement total.	100 %
Résistance kgs. mm ² initiale.	4,8 kgs
Résistance kgs. mm ² totale	8,4 kgs.

Si nous ne trouvons pas de modification sensible de la résistance du Lanital, après quinonage, par contre nous constatons que le Lanital quinoné, traité à l'ébullition pendant une heure dans un bain 0,5 % d'acide sulfurique et 2,5 % de sulfate résiste mieux à l'action des acides que le Lanital ordinaire, comme en témoignent les chiffres suivants :

Fibre	Diamètre moyen	Charge initiale en grs.	Allon- gement initial	Charge totale en grs	Allon- gement total	Résistance initiale	kg. mm ² totale
quinonée	22,5 μ	1,39	1,9 %	1,58	50 %	3,5	4
non traitée	21 μ	0,53	1,0	1,3	110 %	1,5	3,8

On constate en effet que la charge initiale, c'est-à-dire l'effort utile que peut fournir la fibre sans allongement de déformation, est nettement amélioré, puisqu'il s'élève, tenu compte des diamètres, à 1 gr. 34 contre 0 gr. 53, soit une augmentation de 150 %.

V. — INFLUENCE DU CHROMAGE SUR LA FORCE ET L'ALLONGEMENT DU LANITAL

Le Lanital destiné à nos essais a été traité pendant cinq jours dans un bain d'alun à 0,1 % de Cr_2O_3 , de basicité 15.

Après essorage, il a été neutralisé en solution de bicarbonate à 0,2 %, rincé et séché.

Il a été mis à séjourner dans l'atmosphère normale dont les conditions ont été plus haut définies et les essais dynamométriques ont été faits sur notre appareil, dans la même atmosphère : soit 25 mesures sur 2 longueurs différentes d'éprouvette.

Nous avons obtenu les résultats suivantes :

Longueur d'éprou- vette en cm.	Charge totale			Allongement total %		
	Moy.	Max.	Min.	Moy.	Min.	Max.
1,52	3,36	4,8	1,75	63	92	7
5,6	3,10	4,45	2,10	53	81	5

Nous n'avons pas donné les chiffres correspondant à la charge initiale, parce que le passage de la première à la deuxième partie de la courbe n'est pas net. Faut-il attribuer

cette particularité de la courbe à ce que notre appareil marche suffisamment lentement pour permettre aux micelles constitutives du brin de s'orienter dans le sens de l'effort ?

C'est une hypothèse plausible, mais, comme nous ne constatons pas, à l'examen microscopique des fibres essayées, les tronçons de diamètre différent que nous avons observés sur le Lanital, non traité, après étirage sur dynamomètre, nous inclinons à admettre que la gaine externe de la fibre, à laquelle on croit devoir attribuer la résistance initiale, jusqu'au point d'inflexion, a été modifiée par le chromage et que sa constitution s'apparente à celle de la partie interne de la fibre.

Nous avons observé, par ailleurs, au cours des mesures, que les fibres de moindre diamètre ne présentent pas de différences aussi marquées de charge totale par rapport au Lanital non traité, que les fibres plus épaisses, ce qui semblerait indiquer qu'elles sont moins influencées par le chromage.

Sur micro-machine, une série de 12 mesures exécutées dans les conditions normales déjà décrites, nous ont donné les moyennes suivantes :

Dia- mètre moyen	Charge initiale en grs.	Allon- gement initial	Charge totale en grs	Allon- gement total	initiale	totale
22 μ	1,33	4 %	3,70	98 %	3,5 kg.	9,7 kg.

Il faut constater que nous n'avons pas obtenu sur micro-machine, des caractéristiques de courbe du Lanital chromé, identiques à celles fournies par notre appareil. Nous retrouvons, en effet, le point d'inflexion au passage de la première à la deuxième partie de la courbe. Nous croyons devoir attribuer cette particularité à la vitesse relativement plus grande de la machine Chevenard.

Les résultats de ces essais doivent se traduire de la façon suivante

— diminution notable de la charge initiale, augmentation de la charge totale ;

— augmentation appréciable de l'allongement initial et diminution de l'allongement total.

★★

INTERPRETATION DES RESULTATS DE NOS ESSAIS DYNAMOMETRIQUES

L'interprétation de l'ensemble des essais dynamométriques sur Lanital, tel que l'on traité, nous suggère quelques considérations, à la fois sur la constitution intime de la fibre et sur les dynamomètres utilisés pour la mesure de ses propriétés mécaniques.

Les dynamomètres exercent leur effort sur la fibre à des vitesses de traction qui peuvent être différentes, nous l'avons signalé au début de ce chapitre. Or, si la charge n'augmente que très lentement et très progressivement, les micelles prennent le temps de s'orienter dans le sens de l'effort, tandis que l'arrangement nouveau des éléments constitutifs de la fibre, s'accompagne d'un allongement. C'est pourquoi, par exemple, nous avons pu obtenir pour le Lanital chromé une courbe à point d'inflexion encore sensible, sur micro-machine, alors que nous ne l'obtenons plus, pour la même fibre, sur notre appareil.

Au cours de nos essais, nous avons observé que plus grande est la vitesse de mesure, plus la charge initiale est importante, et plus le point d'inflexion est accusé.

Est-il possible d'interpréter les phénomènes qui interviennent au cours de l'étirement du Lanital, jusqu'à rupture ?

Pour le cas de la laine qui présente, elle aussi, un point d'inflexion caractéristique marqué, on a émis l'hypothèse très plausible, que la charge initiale serait donnée par la tunique épithéliale, plus résistante et moins élastique que la partie corticale. Puisque le Lanital présente des caractéristiques de courbe analogues à celles de la laine, il est normal d'envisager que des causes identiques ont produit de mêmes effets.

Le traitement du Lanital, en fin de fabrication, par le formol et, éventuellement, par un sel d'alumine, a pour effet de tanner la fibre plus ou moins profondément suivant que le produit tannant peut diffuser plus ou moins facilement à travers la masse de la fibre.

Dans le cas d'un tannage superficiel, par impossibilité pour le produit tannant de pénétrer jusqu'au cœur de la fibre, il y a formation d'une gaine externe dont les propriétés de résistance et d'allongement sont différentes de celles de la partie interne qui n'a pas été modifiée.

Quelques-unes de nos observations viennent confirmer ce point de vue.

Nous constatons, à l'examen microscopique, que les fibres de Lanital qui ont subi un effort de traction jusqu'à rupture, présentent des étranglements, tronçons de fibres dont le diamètre a notablement diminué, puisqu'il passe de 22 μ , pour la fibre avant l'essai, à 15 μ . Nous n'avons jamais observé de telles irrégularités sur des fibres non étirées.

Sans doute une même fibre peut présenter d'un point à un autre, à quelques centimètres de distance, des différences de diamètre, mais ces différences ne sont jamais aussi importantes, et le passage d'une zone à l'autre est progressif.

Par ailleurs, si nous exerçons sur une fibre, un effort de traction inférieur à la charge initiale, nous n'observons pas les étranglements ci-dessus décrits, et la fibre reprend sa longueur primitive dès après la cessation de l'effort.

Par contre, si l'effort de traction a été légèrement supérieur à la charge initiale, sans atteindre cependant la rupture, et qu'on abandonne la fibre soumise à la tension d'une charge inférieure à celle de la charge initiale, on constate que l'allongement augmente dans le temps.

Enfin, nous rappelons l'exemple déjà cité de la fibre de Lanital chromé, qui soumise à un effort de traction, sur notre appareil, ne donne plus de point d'inflexion, mais s'allonge presque immédiatement et proportionnellement à l'effort.

Tous ces phénomènes s'expliquent, si l'on admet une partie centrale, tendre, plastique et visqueuse, entourée d'une

gaine rigide, irrégulièrement résistante le long de la fibre, ou dans le cas du Lanital chromé, une répartition uniforme du tannage au sein de la fibre.

C'est la gaine résistante qui est à l'origine de la résistance de la fibre jusqu'au point d'inflexion. Dès qu'elle se rompt sous l'effort, c'est la partie centrale qui, de concert avec la gaine, supporte l'effort en s'allongeant et en se déformant.

Pour le cas du Lanital chromé, nous constatons, à l'analyse que l'alumine et une partie du formol primitivement fixés sur la fibre, passent dans la solution de chromatage, avec substitution du chrome à ces deux agents tannants. Les sels de chrome ne produisent pas, comme le formol et l'alumine, d'enduit superficiel absolument imperméable; la solution peut continuer à diffuser à travers toute la masse et la tanner uniformément. Nous avons constaté, en effet, que la fibre fixe encore du chrome après plusieurs semaines de contact avec la solution d'alun. C'est donc toute la masse de la fibre qui travaille à la résistance à l'effort, ce qui explique la disparition du point d'inflexion lorsqu'on étire la fibre avec une lenteur suffisante.

Ainsi, nous croyons avoir donné une explication satisfaisante des propriétés mécaniques du Lanital, qu'il ait subi, ou non, l'action d'agents chimiques.

Il reste que cette fibre est hétérogène de composition, possède une résistance à sec nettement inférieure à celle de la laine à laquelle on veut l'apparenter, s'allonge de façon excessive, surtout à l'état humide, et résiste mal à l'action des agents chimiques, l'eau y compris.

RESUME

1. — En examinant le taux et la composition des cendres du Lanital, on voit que la caséine qui a servi comme matière première a été relativement bien déminéralisée et que, d'autre part, au cours de sa fabrication, la fibre a fixé un composé d'aluminium qui a un effet tannant et influence les qualités de ce textile.

2. — On a constaté que le Lanital et la Casein-fibre contiennent un produit d'ensimage, éliminé facilement avec des solvants organiques.

3. — La fibre contient 2,8 % de méthanal; son dosage est délicat et on a mis au point une méthode de détermination de cette substance.

4. — L'eau chaude n'affecte pas particulièrement les fibres de Lanital; par contre, l'eau bouillante, surtout si l'action est prolongée, les rend rêches et jaunâtres.

5. — La soude exerce une action dissolvante sur la fibre de Lanital. La dissolution est d'autant plus accentuée que la solution est plus concentrée et que la température est plus élevée. D'autre part, les alcalis forts mettent en solution l'aluminium et conséquemment agissent en détannant la fibre.

6. — Les acides dilués provoquent, à partir d'une certaine température, une dissolution de la fibre accompagnée d'un dégagement de méthanal et d'une coloration rose des fibres et de la solution.

7. — La courbe de gonflement du Lanital accuse un point isoélectrique vers pH 4, différent de celui de la caséine, qui se trouve au pH 4,7. Dans l'ensemble, la fibre est plus hydrophile que la laine et atteint son maximum de gonflement dans les zones alcalines.

8. — La courbe d'absorption et de résorption de l'humidité de la fibre de Lanital est en forme de S. Le Lanital est plus hygroscopique que la rayonne de viscose, moins hygroscopique que la soie. La Casein-fibre est plus hygroscopique que le Lanital. L'une et l'autre fibre ont des taux de reprise d'humidité voisine de ceux de la laine.

9. — Le Lanital, plongé dans une eau distillée contenant des traces d'hydrocarbonate de cuivre, absorbe ce métal à tel point que la réaction de Sisley appliquée à la solution devient négative.

10. — L'absorption du chlorure de zinc par le Lanital n'est pas directement proportionnelle à la concentration.

11. — Le Lanital peut être chargé à l'étain, en suivant le mode opératoire appliqué pour la soie.

12. — Le Lanital, traité par une solution de chlorure chromique, fixe peu de chrome, même si cette solution est basique. Il en fixe davantage à partir d'une solution de sulfate de chrome à basicité 30. A froid, et indépendamment de la nature et de la concentration du sel de chrome, la fixation est très lente et on n'a pas atteint l'équilibre même après 30 jours.

13. — Le Lanital fixe de la p-quinone à raison de 2,56 g. pour 100 g. de Lanital. Le quinonage produit une coloration bordeaux-foncée. La fibre quinonée gonfle moins que la fibre ordinaire. La teinture à l'hématine donne des colorations un peu plus foncées sur la fibre quinonée que sur la fibre ordinaire.

14. — La désamination du Lanital est facile et rapide. La fibre désaminée est moins hygroscopique que la fibre ordinaire. Le Lanital désaminé à l'obscurité est très sensible à la réaction de Richard.

15. — Dans les conditions normales, la résistance totale du Lanital représente un tiers de la résistance de la laine de même finesse. L'allongement total du Lanital est en moyenne 30 % plus fort que celui de la laine.

On peut exercer un effort de traction équivalent aux deux-tiers de la charge et à un vingtième de l'allongement de rupture sans provoquer de déformation permanente.

16. — Le Lanital est peu élastique; allongé sous un effort supérieur à la charge initiale, puis abandonné à lui-même, il se rétrécit pendant un temps considérable. L'élasticité relative s'abaisse à mesure que l'allongement augmente.

17. — La fibre devient très plastique à partir du moment où sa résistance initiale (70 % de la charge totale et 4 % de l'allongement total) a été vaincue.

18. — Les propriétés mécaniques du Lanital sont nettement influencées par les variations hygrométriques de l'atmosphère.

19. — Le quinonage augmente la résistance du Lanital aux acides dilués et chauds.

20. — Le chromage augmente la force de rupture et diminue l'allongement total du Lanital.

21. — La fibre semble être constituée de deux zones concentriques; un noyau central tendre et plastique, constitué de caséine, une gaine externe tannée et rigide.

22. — Les mesures de résistance et d'allongement rencontrent de grandes difficultés en raison de l'hétérogénéité des fibres dans le lot.

DEUXIÈME THESE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Etude des principales méthodes
employées
pour modifier les propriétés tinctoriales du coton

Lu et accepté :

LES MEMBRES DU JURY,
L. MEUNIER.
M. LEMARCHANDS
M. AUMERAS.
J. PINTE.

Vu et approuvé :

LE DOYEN DE LA FACULTÉ
DES SCIENCES DE LYON,
Pour le Doyen, l'Assesseur,
H. CARDOT.

Vu et permis d'imprimer

LYON, le 29 janvier 1941.

LE RECTEUR, PRÉSIDENT DU CONSEIL DE L'UNIVERSITÉ
A. LIRONDELLE.

TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS.	7
INTRODUCTION.	9
FABRICATION.	11
Matière première	11
Dissolution colloïdale	13
Filature et coagulation	14
Insolubilisation et désacidification	15
Autres brevets.	16
Traitements pour augmenter la douceur des fils au toucher.	17
<i>Propriétés physiques</i>	18
Résistance à la traction	20
<i>Propriétés chimiques</i>	23
Action de l'eau	23
Action des alcalis	24
Influence du temps	24
Influence de la température	24
Influence du volume de la solution	25
Action des acides dilués	26
A froid.	26
A chaud.	26
Action des acides concentrés et froids	27
Action des solvants	27
<i>Constitution</i>	28
<i>Propriétés tinctoriales</i>	29
<i>Identification du Lanital en mélange avec d'autres fibres</i>	29
<i>Séparation quantitative du Lanital avec les autres fibres</i>	30
Mélange du Lanital avec la laine	30
Mélange du Lanital avec des fibres végétales	31
PARTIE EXPÉRIMENTALE.	
COMPOSITION DE LA FIBRE	
Composition des cendres	35
Dosage du méthanal dans le Lanital	37
Produits d'ensimage du Lanital	41

PROPRIÉTÉS HYGROSCOPIQUES.	43
GONFLEMENT DU LANITAL EN FONCTION DU PH.	46
PROPRIÉTÉS DU LANITAL.	49
Action de l'eau	49
Action des alcalis	50
Action des acides	51
Absorption des sels de cuivre.	52
Absorption du chlorure de zinc.	52
Charge à l'étain du Lanital.	53
Chromage du Lanital	54
<i>Etude du Lanital quinone.</i>	56
Gonflement.	58
Résistance aux alcalis	58
Teinture en noir à l'hématine.	60
<i>Etude du Lanital désaminé.</i>	61
Gonflement.	61
Désamination à l'obscurité	63
MESURES DYNAMOMÉTRIQUES.	64
Appareil type Poutillon.	64
Micromachine de Chevenard.	66
Description de notre appareil.	68
<i>Généralités sur les diagrammes charge-allongement.</i>	70
Laine.	70
Lanital.	72
<i>Essais dynamométriques</i>	73
Essais en vue de la détermination des propriétés mécaniques du Lanital	73
Remarques sur les propriétés d'élasticité et de plasticité du Lanital.	73
Elasticité du Lanital	75
Plasticité du Lanital	77
Influence de l'état hygrométrique sur la résistance et l'allongement du Lanital	79
Essais dynamométriques sur le Lanital traité par l'acide.	81
Influence du quinonage sur la force et l'allongement du Lanital.	82
Influence du chromage sur la force et l'allongement du Lanital.	84
Interprétation des résultats de nos essais dynamométriques.	86
RÉSUMÉ.	89



BOSC FRÈRES, M. & L. RIOU

00 00 00 **IMPRIMEURS-ÉDITEURS** 00 00 00

00 **42, QUAI GAILLETON, 42** 00

00 00 00 00 **LYON** 00 00 00 00



